



日本特許庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日

Date of Application:

2000年 1月28日

出願番号

Application Number:

特願2000-020269

出願人

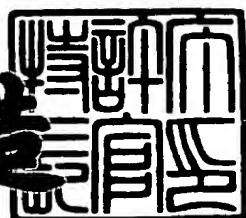
Applicant(s):

キヤノン電子株式会社

2001年 1月12日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2000-3111015

【書類名】 特許願
【整理番号】 4139030
【提出日】 平成12年 1月28日
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 G02F 01/00
【発明の名称】 金属鏡および金属回転多面鏡およびその製造方法
【請求項の数】 26
【発明者】
【住所又は居所】 埼玉県秩父市大字影森1248番地キヤノン電子株式会社内
【氏名】 高岡 智志
【発明者】
【住所又は居所】 埼玉県秩父市大字影森1248番地キヤノン電子株式会社内
【氏名】 柳 道男
【特許出願人】
【識別番号】 000104652
【氏名又は名称】 キヤノン電子株式会社
【代表者】 酒巻 久
【先の出願に基づく優先権主張】
【出願番号】 平成11年特許願第368036号
【出願日】 平成11年12月24日
【代理人】
【識別番号】 913000513
【住所又は居所】 東京都千代田区鍛冶町1丁目6番15号
【弁理士】
【氏名又は名称】 田中 増顕
【選任した代理人】
【識別番号】 100078846

【弁理士】

【氏名又は名称】 大音 康毅

【手数料の表示】

【納付書番号】 99000115632

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9116913

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 金属鏡および金属回転多面鏡およびその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】

アルミニウムまたはその合金からなる基体上に、 TiO_2 からなる中間層と、
 Cu からなる金属反射層とが順次積層されていることを特徴とする金属鏡。

【請求項2】

前記金属反射層の上に、さらに1層以上の保護層が形成されていることを特徴
とする請求項1記載の金属鏡。

【請求項3】

前記金属鏡は表面反射率が95%以上であることを特徴とする請求項1記載の
金属鏡

【請求項4】

前記金属鏡は金属回転多面鏡であることを特徴とする請求項1記載の金属鏡。

【請求項5】

前記保護層は酸化アルミニウムであることを特徴とする請求項2記載の金属鏡。

【請求項6】

アルミニウムもしくはアルミニウム合金からなる金属多面鏡体の基体と、
該基体の上に真空蒸着された TiO_2 の中間層と、
該中間層の上に真空蒸着された Cu の金属反射膜と、
該金属反射膜の上に真空蒸着された、少なくとも Al_2O_3 の層を含む保護層
と、

を有することを特徴とする金属回転多面鏡。

【請求項7】

請求項6記載の金属回転多面鏡において、
前記中間層の膜厚は50nm～150nmであり、前記金属反射膜の膜厚は8
0nm～150nmであることを特徴とする金属回転多面鏡。

【請求項8】

請求項6記載の金属回転多面鏡において、

前記保護層は第1保護層と第2保護層の2つの層からなることを特徴とする金属回転多面鏡。

【請求項9】

請求項8記載の金属回転多面鏡において、

前記第1保護層は Al_2O_3 の層であり、前記第2保護層は SiO_2 の層であることを特徴とする金属回転多面鏡。

【請求項10】

請求項9記載の金属回転多面鏡において、

前記第1保護層の膜厚は150nm～200nmであり、前記第2保護層の膜厚は10nm～20nmであることを特徴とする金属回転多面鏡。

【請求項11】

請求項6記載の金属回転多面鏡において、

前記保護層は第1保護層、第2保護層および第3保護層の3つの層からなることを特徴とする金属回転多面鏡。

【請求項12】

請求項11記載の金属回転多面鏡において、

前記第1保護層は Al_2O_3 の層であり、前記第2保護層は TiO_2 の層であり、前記第3保護層は SiO_2 の層であることを特徴とする金属回転多面鏡。

【請求項13】

請求項12記載の金属回転多面鏡において、

前記第1保護層の膜厚は150nm～200nmであり、前記第2保護層の膜厚は80nm～100nmであり、前記第3保護層の膜厚は10nm～20nmであることを特徴とする金属回転多面鏡。

【請求項14】

前記金属回転多面鏡は表面反射率が95%以上であることを特徴とする請求項6記載の金属回転多面鏡。

【請求項15】

アルミニウムもしくはアルミニウム合金からなる金属多面鏡体の素材金属の上に真空蒸着によって TiO_2 からなる中間層を形成し、

該中間層の上に真空蒸着によってCuからなる高反射率の金属反射膜を形成し

該金属反射膜の上に真空蒸着によって、少なくともAl₂O₃の層を含む保護層を形成する、

ことを特徴とする金属回転多面鏡の製造方法。

【請求項16】

請求項15記載の金属回転多面鏡の製造方法において、

前記TiO₂からなる中間層を形成する際、圧力6.65~26.6×10⁻³PaのO₂ガスを添加することを特徴とする金属回転多面鏡の製造方法。

【請求項17】

請求項15記載の金属回転多面鏡の製造方法において、

前記Cuからなる高反射率の金属反射膜を形成する際、前記TiO₂からなる中間層を形成した後、真空蒸着機チャンバー内の真空度が2.66×10⁻³Pa以上になるのを待ってから金属反射膜を形成することを特徴とする金属回転多面鏡の製造方法。

【請求項18】

請求項15記載の金属回転多面鏡の製造方法において、

前記少なくともAl₂O₃の層を含む保護層を形成する際、Cuからなる高反射率の金属反射膜の上にAl₂O₃の層を形成する場合には、膜形成し始めの所定の膜厚の15~30%の膜厚までは、O₂ガスを添加しないでAl₂O₃の層を形成し、さらに、その上に15~30%を超えてから所定の膜厚までは、O₂ガスを6.65~26.6×10⁻³Pa添加しながらAl₂O₃の層を形成することを特徴とする金属回転多面鏡の製造方法。

【請求項19】

請求項15記載の金属回転多面鏡の製造方法において、

形成される前記中間層の膜厚は50nm~150nmであり、形成される前記金属反射膜の膜厚は80nm~150であることを特徴とする金属回転多面鏡の製造方法。

【請求項20】

請求項15記載の金属回転多面鏡の製造方法において、
形成される前記保護層は第1保護層と第2保護層の2つの層からなることを特
徴とする金属回転多面鏡の製造方法。

【請求項21】

請求項20記載の金属回転多面鏡の製造方法において、
前記第1保護層は Al_2O_3 の層であり、前記第2保護層は SiO_2 の層であ
ることを特徴とする金属回転多面鏡の製造方法。

【請求項22】

請求項21記載の金属回転多面鏡の製造方法において、
前記第1保護層の膜厚は150nm～200nmであり、前記第2保護層の膜
厚は10nm～20nmであることを特徴とする金属回転多面鏡の製造方法。

【請求項23】

請求項15記載の金属回転多面鏡の製造方法において、
前記保護層は第1保護層、第2保護層および第3保護層の3つの層からなるこ
とを特徴とする金属回転多面鏡の製造方法。

【請求項24】

請求項23記載の金属回転多面鏡の製造方法において、
前記第1保護層は Al_2O_3 の層であり、前記第2保護層は TiO_2 の層であ
り、前記第3保護層は SiO_2 の層であることを特徴とする金属回転多面鏡の製
造方法。

【請求項25】

請求項24記載の金属回転多面鏡の製造方法において、
前記第1保護層の膜厚は150nm～200nmであり、前記第2保護層の膜
厚は80nm～100nmであり、前記第3保護層の膜厚は10nm～20nm
であることを特徴とする金属回転多面鏡の製造方法。

【請求項26】

前記金属回転多面鏡は表面反射率が95%以上であることを特徴とする請求項
15記載の金属回転多面鏡の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明は、複写機、ファクシミリ、レーザービームプリンタなどの反射鏡として用いられる回転多面鏡およびその製造方法に関し、特に、環境安定に優れ、反射率の安定性を持った高反射率の金属鏡および金属多面鏡およびその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

従来、金属回転多面鏡は次に説明する（1）、（2）、（3）等のものがある。

（1）アルミニウムまたはアルミニウム合金からなる回転多面鏡の基体の切削鏡面を陽極酸化して透明皮膜を生成し、鏡面保護膜としたもの（特開昭58-184903号）。

（2）アルミニウムまたはアルミニウム合金からなる回転多面鏡の基体上に真空蒸着法により形成されたCrからなる金属薄膜上に真空蒸着法によりさらに形成されたCuからなる高反射率金属薄膜を有するもの（特開昭60-195502号）。

（3）アルミニウムまたはアルミニウム合金からなる回転多面鏡の基体上に真空蒸着法により順次、中間層、金属反射層、保護層が形成され、中間層は膜厚が50nm以上100nm以下のCr層であり、金属反射層は膜厚が100nm以上150nm以下のCu層であり、保護膜は膜厚が150nm以上200nm以下のAl₂O₃層としたもの（特開平6-208076号）。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

上記従来技術のうち、（1）は平均反射率は約85%であって、複写機やレーザービームプリンタなどの高速化を図るために十分な反射率とはいえず、さらにアルミニウムやアルミニウム合金からなる基体に陽極酸化膜を形成する場合、Si等の不純物が回転多面鏡の基体に存在すると、陽極酸化膜にピット状の欠陥が生じる恐れがあるので、前記アルミニウムやアルミニウム合金は高純度のもの

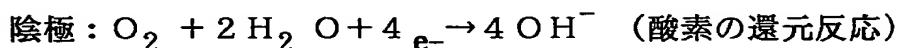
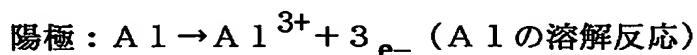
にする必要があるため回転多面鏡の基体材料の価格が高くなりコスト高となってしまう。

【0004】

また、(2)、(3)は、反射率は高くなるが、耐環境安定性に問題がある。高温度環境(45°C 95%RH, O₃ 1 ppm, 70°C 85%RH, O₃ 1 ppm)に、この金属回転多面鏡が置かれると、次の様な現象が起きる。

【0005】

① 図3に模式的に示すように、金属の溶解反応と酸素の還元反応が起きて局部電池を形成していることによると考えられる。この反応が起こるきっかけは、膜表面に吸水性のゴミが付着し、そのごみが吸水性の場合、水分が局所膜表面に吸水性のゴミが付着し H₂O が局所的に侵入する。さらに水に溶けている溶存酸素も加わって最表層から SiO₂ → Al₂O₃ → Cu → Cr と通過して下地の Al まで達する。その結果、Al の酸化物が形成され、Al₂O₃ となり体積膨張を起こして膜を隆起させて不良となってしまう。この現象は、以下の式に示す様な酸化還元反応で説明できる。



これらの腐食現象の光顕写真、断面写真(FIBによる解析)をそれぞれ図6～図8の写真1～3に示す。

【0006】

即ち、本発明者は、アルミニウム基体上に、中間層としてCr層、反射層としてCu層、保護層としてAl₂O₃層およびSiO₂層を積層した金属回転多面鏡を、高温度環境(45°C, 95%RH, 100時間, O₃ 1 ppm; 70°C, 85%RH, 100時間, O₃ 1 ppm)に置いた後、表面を観察したところ、図6および図7(どちらも腐食部の光学顕微鏡写真)、図8(腐食部のFIB(focused ion beam)断面写真)に示すように、腐食が発生していた。

【0007】

② また図9に表示する写真4および図10～図12に表示する写真6～8に

示す様に“膜浮き現象”の発生が起きる事がある。断面写真を見ると中間層のCr膜と反射層のCu膜間で剥離していることが分かる。

【0008】

中間層Cr、反射層Cu、誘電体層Al₂O₃間の各膜応力を測定すると、Cr膜: +4.15×10⁸Pa、Cu膜: +1.53×10⁸Pa、Al₂O₃膜: -0.63×10⁸Paであり、これらの間の応力差が大きく、Cr膜とCu膜間で剥離していることが応力に起因するものであると推論できる。

【0009】

したがって、本発明の目的は、従来の技術が有する課題に鑑みてなされたものであって、耐環境性に優れた高反射率を有する金属鏡および金属回転多面鏡およびその製造方法を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成させるために、本発明は、アルミニウムまたはその合金からなる基体上に、TiO₂からなる中間層と、Cuからなる金属反射層とが順次積層されていることを特徴とする金属鏡を採用するものである。

【0011】

また、本発明は、本発明は、アルミニウムもしくはアルミニウム合金からなる金属多面鏡体の基体と、該基体の上に真空蒸着されたTiO₂の中間層と、該中間層の上に真空蒸着されたCuの金属反射膜と、該金属反射膜の上に真空蒸着された、少なくともAl₂O₃の層を含む保護層と、を有することを特徴とする金属回転多面鏡を採用するものである。

【0012】

また、本発明は、アルミニウムもしくはアルミニウム合金からなる金属多面鏡体の素材金属の上に真空蒸着によってTiO₂からなる中間層を形成し、該中間層の上に真空蒸着によってCuからなる高反射率の金属反射膜を形成し、該金属反射膜の上に真空蒸着によって、少なくともAl₂O₃の層を含む保護層を形成する、ことを特徴とする金属回転多面鏡の製造方法を採用するものである。

【0013】

【作用】

アルミニウムもしくはアルミニウム合金製の回転多面鏡基体の鏡面と金属反射層であるCu膜との間に、中間層としてTiO₂薄膜を設けることにより、高温度環境における膜最表層からのH₂O、O₂の侵入を防止する。その結果、基体であるアルミニウム、アルミニウム合金が酸化してAl₂O₃に変化して体積膨張を起こし膜を持ち上げる腐食不良を抑えることが可能となる。

【0014】

また、Cr（応力：+4.15×10⁸Pa）、Cu（応力：+1,53×10⁸Pa）、Al₂O₃（応力：-0.63×10⁸Pa）の各種薄膜の応力がCrとCuとの間での差が大きかったのが、これに代えて、薄膜の構成をTiO₂（応力：+0.30×10⁸Pa）、Cu、Al₂O₃にすることにより各種薄膜の応力のバラツキを小さくすることが可能となり、CrとCuとの間で発生していた“膜浮き”現象の抑えることが可能となる。

【0015】

ここで、応力の測定は、ガラス基板上に各膜を単膜に成膜してその反りから求めるStoneyの方法により、次の式から算出した。

$$\text{応力} \sigma = E_s D^2 / (6(1-\nu)R)$$

ここで

E_s：基板のヤング率、

D：基板の厚さ

ν：基板のポアソン比

R：反りの曲率半径

であり、+が引っ張り方向、-が圧縮方向である。

【0016】

【発明の実施の形態】

図1に示すようにアルミニウム製またはアルミニウム合金製の回転多面鏡の基体1の周面には切削加工等により鏡面が形成されている。ここでは、8面体の金属回転多面鏡の例を示しているが、8面体以外の多面体であってもよい。

【0017】

このままの状態では、反射率も86%前後で不十分であり、また基体の耐食性も十分とは言えない。そこで、本発明では、この金属多面鏡基体1の上にTiO₂からなる中間層2と、Cuからなる金属反射層3を設ける。Cu金属反射層3は、基体金属（即ちアルミニウムまたはアルミニウム合金）よりも高反射率であり、それにより金属回転多面鏡としての反射率を高めることができる。本発明では、TiO₂中間層2を設けることで、基体金属の鏡面の腐食を防止し、基体と高反射率の金属反射層との密着性を向上させる。

【0018】

本発明においてTiO₂からなる中間層の厚さは、薄すぎると耐久性が不十分であり、厚すぎると成膜に時間がかかり生産性が悪くなるので、通常は、20nm～200nm、好ましくは50nm～150nm、最も好ましくは50nm～100nmである。尚、本出願において、膜厚は、特に明示しない限り機械膜厚である。

【0019】

また、Cuからなる金属反射層の厚さは、薄すぎると反射率が不十分になり、また厚すぎると成膜に時間がかかり生産性が悪くなるので、通常は、80nm以上、好ましくは80nm～150nm、最も好ましくは80nm～100nmである。

【0020】

TiO₂中間層およびCu金属反射層の形成方法は、特に制限はないが、蒸着法が好ましく、この蒸着法には、真空蒸着法（狭義）、スパッタリング法およびイオンプレーティング法等が含まれる。尚、Cu膜についてはメッキ等のウェット成膜法も適用できるが、通常は蒸着法の方が好ましい。

【0021】

本発明では、鏡面の保護のために、さらに必要により増反射の目的を兼ねて、金属反射層の表面に1層以上の保護層が設けられていることが好ましい。この保護層は、通常、透明な誘電体材料で形成される。保護機能を高めるため、あるいは増反射の効果を高めるために、さらに複数の層としてもよい。特に、金属反射層側から、低屈折率と高屈折率の誘電体材料が交互に成膜されていると、高反射

率が得られやすいので好ましい。

【0022】

低屈折率の誘電体材料としては、 MgF_2 、 SiO_2 、 Al_2O_3 等を挙げることができる。高屈折率の誘電体材料としては、 ZrO_2 、 TiO_2 、 CeO_2 、 SiO 等が好ましい。また、このときの各保護層の膜厚は所望の波長で反射率が最大で、入射光に対する角度依存性が最小になるように最適化を図ることが好ましい。

【0023】

素材金属の鏡面の腐食を防止し、素材金属と高反射率金属薄膜との密着性を向上する目的で中間層の膜は不可欠なものであり、本発明における最重要項目である。

【0024】

次に、本発明の実施例を説明する。図1は、本発明の実施例1、2の金属回転多面鏡の約半分を示す模式断面図である。図2は、本発明の実施例3、4の金属回転多面鏡の約半分を示す模式断面図である。

【0025】

(実施例1)

図1に示すように、アルミニウム合金（ $Al-Mg$ 系）の金属多面鏡体1に順次、中間層2、金属反射層3、保護層（第1保護層）4、保護層（第2保護層）5を形成した。

【0026】

中間層2は膜層が50nmから150nmの TiO_2 膜である。50nm未満であると耐久性が不十分であり、150nm以上であると蒸着に時間がかかり生産性が悪い。

【0027】

またこの TiO_2 膜からなる中間層を真空蒸着法により膜形成する際、反応空間の全圧が圧力 $6.65 \sim 26.6 \times 10^{-3} Pa$ の O_2 ガスを添加しながら膜形成するのが好ましい。 O_2 ガス圧力が $6.65 \times 10^{-3} Pa$ 未満であると下地であるアルミニウム合金と TiO_2 膜との間の親和性がとぼしくなると考えられ、

結果的に TiO_2 膜と Cu 膜との間で膜の剥がれが生じ易くなる。逆に $26.6 \times 10^{-3} Pa$ を越えると Cu 膜が酸化されやすくなると考えられ、結果的に、反射率が所望の95%を下回ってしまう。よって所望の反射率95%以上を確保しつつ膜剥がれを防止するために添加する O_2 ガス圧力は $6.65 \sim 26.6 \times 10^{-3} Pa$ がよい。

【0028】

金属反射層3は、膜厚が80nm以上150nm以下の Cu 膜である。 Cu 膜の膜厚が80nm未満であると反射率が低下し、150nm以上では蒸着に時間がかかり生産性が悪くなる。金属反射層3は蒸発材料加熱方式としてWボード抵抗加熱方式を用いている。

【0029】

TiO_2 膜からなる中間層の上に Cu からなる高反射率の金属薄膜を真空蒸着法により形成する際、 TiO_2 膜からなる中間層を真空蒸着法により形成した後真空蒸着機チャンバー内真空度が $2.66 \times 10^{-3} Pa$ 以上になるまで待ってから、 TiO_2 膜からなる中間層の上に Cu からなる高反射率の金属薄膜を真空蒸着法により形成するのが好ましい。真空蒸着機チャンバーの真空度が $26.6 \times 10^{-3} Pa$ を越えて低くなると、反射率が所望の95%を下回ってしまう。一方、 $26.6 \times 10^{-3} Pa$ 以上になるまで待ってから Cu 膜を真空蒸着法により形成すると、所望の95%以上の反射率を確保することが出来る。これは Cu 膜蒸着前の真空蒸着機チャンバー内を高真空状態にしたチャンバー内の余分な残留ガス成分を少なくすることによって、 Cu 膜中への残留ガスの侵入（酸化）が防がれるために高品質の Cu 膜が形成出来、高反射率を確保出来るものと考えられる。

【0030】

保護層（第1保護層）4は Al_2O_3 膜からなり膜厚は150nm以上200nm以下である。 Al_2O_3 膜の膜厚が150nm未満であると耐久性が不十分であり、200nmより大きいと、入射角依存性を含めた反射特性等の光学特性が不十分となる。

【0031】

Cuからなる高反射率の金属薄膜の上にAl₂O₃からなる保護層を真空蒸着法により膜形成する際に、膜形成し始めの所定膜厚の15~30%の膜厚まではCu膜との親和性、言い換えれば、密着性を高めるべくO₂ガスを添加しないで真空蒸着法により膜形成し、さらにその上に15~30%を越えてから所定膜厚まではO₂ガスを添加することでほとんどがAl:Oの比が2:3となる膜、言い換えれば、酸素と十分に結合するAl₂O₃を形成するのが好ましい。所定の膜厚形成し始めから終了まで全てO₂ガスを添加しながら真空蒸着法により膜形成しても、反射率、膜剥がれ共に何ら問題はないが、膜形成し始めの所定膜厚の15~30%の膜厚まではO₂ガスを添加しないで真空蒸着法により膜形成し、さらにその上に15~30%を越えてから所定の膜厚まではO₂ガスを添加しながら膜形成すると、反射率の値が0.3~0.5%ほど高くなる。

【0032】

これはCuからなる高反射率の金属薄膜を膜形成した後、Al₂O₃からなる保護層を形成するためにO₂ガスを真空蒸着機チャンバー内に導入すると、Cu膜の表層が酸化してしまい所望の反射率95%は確保出来るものの反射率が若干低く出てしまうが、膜形成し始めの所定の膜厚の15~30%の膜厚まではO₂ガスを添加しないことによってCu膜表層の酸化を防ぎ、反射率の値が高くなるものと考えられる。しかし30%を越えてO₂ガスを添加しないと反射率に問題はないが膜剥がれが発生してしまうため、O₂ガスを添加せずに、Al₂O₃膜を形成するのは膜形成し始めの所定膜厚の15~30%の膜厚までの間でよい。またAl₂O₃膜蒸着時に添加するO₂ガス添加量は、即ちチャンバ内へ供給されるO₂ガスによってほとんど決定されてしまう反応空間の全圧は、膜剥がれ発生の有無から6.65~26.6×10⁻³Paの間がよい。なお、Al₂O₃膜を形成する場合に、O₂ガスを添加しなくともAl₂O₃の膜はできる。というのも、酸素原子はO₂ガスとは別の原料中に含まれており、その原料をAl₂O₃膜形成に用いるからである。

【0033】

保護層（第2保護層）5は、膜厚10nm以上20nm以下のSiO₂膜である。10nm未満であると表面強度が低く、20nm以上であると反射特性等の

光学特性が不十分となる。

【0034】

各膜の成膜条件を別紙の表1に示す。

【0035】

(実施例2)

図1に示すように、実施例1と同様に、アルミニウム合金（Al-Mg系）の金属多面鏡体1に順次、中間層2、金属反射層3、保護層（第1保護層）4、保護層（第2保護層）5を形成した。本実施例は金属反射層3を作成するにあたり、実施例1と異なり、電子ビームを用いた蒸着材料加熱方式を採用した。

【0036】

中間層2は膜厚が50nmから150nmのTiO₂膜である。50nm未満であると耐久性が不十分であり、150nm以上であると蒸着に時間がかかり生産性が悪い。

【0037】

またこのTiO₂膜からなる中間層を真空蒸着法により膜形成する際、圧力6.65～26.6×10⁻³PaのO₂ガスを添加しながら膜形成するのが好ましい。O₂ガス圧力が6.6510⁻³Pa未満であるとTiO₂膜とCu膜との間で膜剥がれが生じ、逆に26.6×10⁻³Paを越えると反射率が所望の95%を下回ってしまう。よって所望の反射率95%以上を確保しつつ膜剥がれを防止するために添加するO₂ガス圧は6.65～26.6×10⁻³Paがよい。

【0038】

金属反射層3は、膜厚が80nm以上150nm以下のCu膜である。Cu膜の膜厚が80nm未満であると反射率が低下し、150nm以上では蒸着に時間がかかり生産性が悪くなる。金属反射膜3は蒸着材料加熱方式として電子ビーム方式を用いる。

【0039】

TiO₂膜からなる中間層の上にCuからなる高反射率の金属薄膜を真空蒸着法により形成する際、TiO₂膜からなる中間層を真空蒸着法により形成した後真空蒸着機チャンバー内真空度が26.6×10⁻³Pa以上になるまで待ってか

ら、 TiO_2 膜からなる中間層の上に Cu からなる高反射率の金属薄膜を真空蒸着法により形成するのが好ましい。真空蒸着機チャンバーの真空度が $26.6 \times 10^{-3} Pa$ を越えて低くなると、反射率が所望の 95% を下回ってしまう。一方、 $26.6 \times 10^{-3} Pa$ 以上になるまで待ってから Cu 膜を真空蒸着法により成形すると、所望の 95% 以上の反射率を確保することが出来る。これは Cu 膜蒸着前の真空蒸着機チャンバー内を高真空状態にしたチャンバー内の余分な残留ガス成分を少なくすることによって、Cu 膜中への残留ガスの侵入（酸化）が防がれるために高反射率を確保出来るものと考えられる。

【0040】

保護層（第1保護層）4 は、 Al_2O_3 膜からなり膜厚は 150 nm 以上 200 nm 以下である。 Al_2O_3 膜の膜厚が 150 nm 未満であると耐久性が不十分であり、200 nm より大きいと、入射角依存性を含めた反射特性等の光学特性が不十分となる。

【0041】

Cu からなる高反射率の金属薄膜の上に Al_2O_3 からなる保護層を真空蒸着法により膜形成する際に、膜形成し始めの所定膜厚の 15~30% の膜厚までは O_2 ガスを添加しないで真空蒸着法により膜形成し、さらにその上に 15~30% を越えてから所定の膜厚までは O_2 ガスを添加しながら膜形成するのが好ましい。所定の膜厚形成し始めから終了まで全て O_2 ガスを添加しながら真空蒸着法により膜形成しても、反射率、膜剥がれ共に何ら問題はないが、膜形成し始めの所定の膜厚の 15~30% の膜厚までは O_2 ガスを添加しないで真空蒸着法により膜形成し、さらにその上に 15~30% を越えてから所定の膜厚までは O_2 ガスを添加しながら膜形成すると、反射率の値が 0.3~0.5 ほど高くなる。

【0042】

これは Cu からなる高反射率の金属薄膜を膜形成した後、 Al_2O_3 からなる保護層を形成するために O_2 ガスを真空蒸着機チャンバー内に導入すると、Cu 膜の表層が酸化してしまい所望の反射率 95% は確保出来るものの反射率が若干低く出てしまうが、膜形成し始めの所定膜厚の 15~30% の膜厚までは O_2 ガスを添加しないことによって Cu 膜表層の酸化を防ぎ、反射率の値が高くなるも

のと考えられる。

【0043】

しかし30%を越えてO₂ガスを添加しないと反射率に問題はないが膜剥がれが発生してしまうため、O₂ガスを添加せずにAl₂O₃膜を形成するのは膜形成し始めの所定の膜厚の15~30%の膜厚までの間がよい。またAl₂O₃膜蒸着時に添加するO₂ガス添加量、言い換えれば、O₂ガスを添加した場合の反応空間の全圧は膜剥がれ発生の有無から6.65~26.6×10⁻³Paの間がよい。

【0044】

保護層（第2保護層）5は、膜厚10nm以上20nm以下のSiO₂膜であり、10nm未満であると表面強度が低く、20nm以上であると反射特性等の光学特性が不十分となる。

【0045】

各膜の成膜条件を別紙の表2に示す。

【0046】

別紙の表1および表2から明らかなように、実施例1と実施例2では、金属反射層の形成における蒸着材料加熱方式が異なり、実施例1では、Wポート抵抗加熱を用いているが、実施例2では、電子ビームを用いている。

【0047】

（実施例3）

図2に示すように、アルミニウム合金（Al-Mg系）の金属多面鏡体1に順次、中間層膜2、金属反射層3、保護層（第1保護層）4、保護層（第2保護層）5、保護層（第3保護層）6を形成した。実施例3は、実施例1、2と異なり、第2保護層の上に第3保護層を有する。

【0048】

中間層2は膜厚が50nmから150nmのTiO₂膜である。50nm未満であると耐久性が不十分であり、150nm以上であると蒸着に時間がかかり生産性が悪い。

【0049】

またこのTiO₂層からなる中間層を真空蒸着法により膜形成する際、圧力6.65~26.6×10⁻³PaのO₂ガスを添加しながら膜形成するのが好ましい。O₂ガス圧力が6.65×10⁻³Pa未満であるとTiO₂膜とCu膜との間で膜剥がれが生じ、逆に26.6×10⁻³Paを越えると反射率が所望の95%を下回ってしまう。よって所望の反射率95%以上を確保しつつ膜剥がれを防止するために添加するO₂ガス圧は6.65~26.6×10⁻³Paがよい。

【0050】

金属反射層3は、膜厚が80nm以上150nm以下のCu膜である。Cu膜の膜厚が80nm未満であると反射率が低下し、150nm以上では蒸着に時間がかかり生産性が悪くなる。金属反射層3は蒸着材料の熱方式として実施例1と同様Wポート抵抗加熱方式を用いている。

【0051】

TiO₂膜からなる中間層の上にCuからなる高反射率の金属薄膜を真空蒸着法により形成する際、TiO₂膜からなる中間層を真空蒸着法により形成した後真空蒸着機チャンバー内真空中度が26.6×10⁻³Pa以上になるまで待ってからTiO₂膜からなる中間層の上にCuからなる高反射率の金属薄膜を真空蒸着法により形成するのが好ましい。真空蒸着機チャンバー内真空中度が26.6×10⁻³Paを越えて低くなると、反射率が所望の95%を下回ってしまう。しかし26.6×10⁻³Pa以上になるまで待ってからCu膜を真空蒸着法により形成すると、所望の95%以上の反射率を確保することが出来る。これはCu膜蒸着前の真空蒸着機チャンバー内を高真空中度にしたチャンバー内の余分な残留ガス成分を少なくすることによって、Cu層中への残留ガスの侵入（酸化）が防がれるために高反射率を確保出来るものと考えられる。

【0052】

保護層（第1保護層）4は、Al₂O₃膜からなり膜厚は150nm以上200nm以下である。Al₂O₃膜の膜厚が150nm未満であると耐久性が不十分であり、200nmより大きいと、入射角依存性を含めた反射特性等の光学特性が不十分となる。

【0053】

Cuからなる高反射率薄膜の上にAl₂O₃からなる保護膜層を真空蒸着により膜形成する際に、膜形成し始めの所定膜厚の15~30%の膜厚まではO₂ガスを添加しないで真空蒸着法により膜形成し、さらにその上に15~30%を越えてから所定膜厚まではO₂ガスを添加しながら膜形成するのが好ましい。所定の膜厚を形成し始めてから終了まで全てO₂ガスを添加しながら真空蒸着法により膜形成しても、反射率、膜剥がれ共に何ら問題はないが、膜形成し始めの所定膜厚の15~30%の膜厚まではO₂ガスを添加しないで真空蒸着法により膜形成し、さらにその上に15~30%を越えてから所定膜厚まではO₂ガスを添加しながら膜形成すると、反射率の値が0.3~0.5ほど高くなる。

【0054】

これはCuからなる高反射率金属薄膜を膜形成した後、Al₂O₃からなる保護膜層を形成するためにO₂ガスを真空蒸着機チャンバー内に導入すると、Cu膜の表層が酸化してしまい所望の反射率95%は確保出来るものの反射率が若干低く出てしまうが、膜形成し始めの所定の膜厚の15~30%の膜厚まではO₂ガスを添加しないことによってCu膜表層の酸化を防ぎ、反射率の値が高くなると考えられる。しかし30%を越えてO₂ガスを添加しないと反射率に問題がないが膜剥がれが発生してしまうため、O₂ガスを添加せずにAl₂O₃膜を形成するのは膜形成し始めの所定膜厚の15~30%の膜厚までの間がよい。またAl₂O₃膜蒸着時に添加するO₂ガス添加量、言い換えれば、O₂ガスを添加した場合の反応空間の全圧は膜剥がれ発生の有無から6.65~26.6×10⁻³Paの間がよい。

【0055】

保護層（第2保護層）5は、TiO₂層からなり膜厚80nm以上100nm以下である。80nm以下でも100nmよりも大きくても入射角依存性を含めた反射特性等の光学特性が不十分となる。

【0056】

保護層（第3保護層）6は10nm以上20nm以下のSiO₂膜である。10nm未満であると表面強度が低く、20nm以上であると反射特性等の光学特性が不十分となる。

【0057】

各膜の成膜条件を別紙の表3に示す。

【0058】

(実施例4)

図2に示すように、実施例3と同様にアルミニウム合金(A1-Mg系)の金属多面鏡体1に順次、中間層膜2、金属反射層3、保護層(第1保護層)4、保護層(第2保護層)5、保護層(第3保護層)6を形成した。本実施例は、金属反射膜3を形成するにあたり実施例3と異なり、電子ビームを用いた蒸着材料加熱方式を採用した。

【0059】

中間層2は膜厚が50nmから150nmのTiO₂膜である。50nm未満であると耐久性が不十分であり、150nm以上であると蒸着に時間がかかり生産性が悪い。

【0060】

またこのTiO₂層からなる中間層を真空蒸着法により膜形成する際、圧力6.65~26.6×10⁻³PaのO₂ガスを添加しながら膜形成するのが好ましい。O₂ガス圧力が6.65×10⁻³Pa未満であるとTiO₂膜とCu膜との間で膜剥がれが生じ、逆に26.6×10⁻³Paを越えると反射率が所望の95%を下回ってしまう。よって所望の反射率95%以上を確保しつつ膜剥がれを防止するために添加するO₂ガス圧は6.65~26.6×10⁻³Paがよい。

【0061】

金属反射層3は、膜厚が80nm以上150nm以下のCu膜である。Cu膜の膜厚が80nm未満であると反射率が低下し、150nm以上では蒸着に時間がかかり生産性が悪くなる。金属反射層3は蒸着材料加熱方式として電子ビーム方式を用いている。

【0062】

TiO₂膜からなる中間層の上にCuからなる高反射率金属薄膜を真空蒸着法により形成する際、TiO₂膜からなる中間層を真空蒸着法により形成した後真空蒸着機チャンバー内真空度が26.6×10⁻³Pa以上になるまで待ってから

TiO₂膜からなる中間層の上にCuからなる高反射率金属薄膜を真空蒸着法により形成するのが好ましい。真空蒸着機チャンバー内真圧度が26.6×10⁻³Paを越えて低くなると、反射率が所望の95%を下回ってしまう。しかし26.6×10⁻³Pa以上になるまで待ってからCu膜を真空蒸着法により形成すると、所望の95%以上の反射率を確保することが出来る。これはCu膜蒸着前の真空蒸着機チャンバー内を高真圧状態にしチャンバー内の余分な残留ガス成分を少なくすることによって、Cu層中への残留ガスの侵入（酸化）が防がれるために高反射率を確保出来るものと考えられる。

【0063】

保護層（第1保護層）4は、Al₂O₃膜からなり膜厚は150nm以上200nm以下である。Al₂O₃膜の膜厚が150nm未満であると耐久性が不十分であり、200nmより大きいと、入射角依存性を含めた反射特性等の光学特性が不十分となる。

【0064】

Cuからなる高反射率薄膜の上にAl₂O₃からなる保護膜層を真空蒸着法により膜形成する際に、膜形成し始めの所定膜厚の15~30%の膜厚まではO₂ガスを添加しないで真空蒸着法により膜形成し、さらにその上に15~30%を越えてから所定膜厚まではO₂ガスを添加しながら膜形成するのが好ましい。所定の膜厚を形成し始めてから終了まで全てO₂ガスを添加しながら真空蒸着法により膜形成しても、反射率、膜剥がれ共に何ら問題はないが、膜形成し始めの所定膜厚の15~30%の膜厚まではO₂ガスを添加しないで真空蒸着法により膜形成し、さらにその上に15~30%を越えてから所定膜厚まではO₂ガスを添加しながら膜形成すると、反射率の値が0.3~0.5ほど高くなる。

【0065】

これはCuからなる高反射率金属薄膜を膜形成した後、Al₂O₃からなる保護膜層を形成するためにO₂ガスを真空蒸着機チャンバー内に導入すると、Cu膜の表層が酸化してしまい所望の反射率95%は確保出来るものの反射率が若干低く出てしまうが、膜形成し始めの所定膜厚の15~30%の膜厚まではO₂ガスを添加しないことによってCu膜表層の酸化を防ぎ、反射率の値が高くなるの

と考えられる。しかし30%を越えてO₂ガスを添加しないと反射率に問題がないが膜剥がれが発生してしまうため、O₂ガスを添加せずにAl₂O₃膜を形成するのは膜形成し始めの所定膜厚の15~30%の膜厚までの間がよい。またAl₂O₃膜蒸着時に添加するO₂ガス添加量、言い換えればO₂ガスを添加した場合の反応空間の全圧は膜剥がれ発生の有無から6.65~26.6×10⁻³Paの間がよい。

【0066】

保護層（第2保護層）5は、TiO₂層からなり膜厚80nm以上100nm以下である。80nm以下でも100nmよりも大きくても入射角依存性を含めた反射特性等の光学特性が不十分となる。

【0067】

保護層（第3保護層）6は10nm以上20nm以下のSiO₂膜である。10nm未満であると表面強度が低く、20nm以上であると反射特性等の光学特性が不十分となる。

【0068】

各膜の成膜条件を別紙の表4に示す。

【0069】

別紙の表3および表4から明らかなように、実施例3と実施例4では、金属反射層の形成における蒸着材料加熱方式が異なり、実施例3では、Wポート抵抗加熱を用いているが、実施例4では、電子ビームを用いている。

【0070】

上記実施例（1）～（4）の“中間層TiO₂膜蒸着時のO₂ガス添加量、言い換えればO₂ガスを添加した場合の反応空間の全圧と耐久試験前後の反射率、膜剥がれの関係”を別紙の表5に、“金属反射層Cu膜蒸着時の真空度と反耐久試験前後の反射率の関係”を別紙の表6に、“保護層Al₂O₃膜蒸着時開始からのO₂ガス添加しない膜厚と耐久試験前後の反射率、膜剥がれの関係”を別紙の表7に、“保護層Al₂O₃膜蒸着時のO₂ガス添加量、言い換えればO₂ガスを添加した場合の反応空間の全圧と膜剥がれの関係”を別紙の表8にまとめた。なお、各表中「膜ハガレ」の評価結果として表した○と×とは、即ち、○は膜

はがれしにくうことを示す、×は膜はがれが生じることを示す記号である。また、上記実施例の耐久試験後の腐食発生率、反射率膜浮き発生率、密着度、拭き強度の評価結果について別紙の表9にまとめた。

【0071】

表5から明らかなように、中間層TiO₂膜蒸着時のO₂ガス添加量、言い換えるとO₂ガスを添加した場合の反応空間の全圧は 6.65×10^{-3} Pa以下では膜はがれが見られた。また、表6から明らかなように、Cu蒸着時の真空度は 3.32×10^{-3} Pa以下の状態では、反射率が波長により95パーセント以下になる場合がある。また、表7から明らかなように、保護層Al₂O₃膜蒸着時開始からのO₂ガス添加しない膜厚が所定の膜厚の30%を超えた場合（例えば、38%の場合）膜剥がれが見られた。さらに、表8から明らかなように、保護層Al₂O₃膜蒸着時のO₂ガス添加量、言い換えると反応空間の全圧が $6.65 \sim 26.6 \times 10^{-3}$ Pa以外では膜はがれが見られた。さらにまた、表9から明らかなように、実施例1～4において、密着度、拭き強度とも良好であった。密着テストは、粘着テープ（ニチバン社製）を金属回転多面鏡の表面に密着させ、20mm/secの速さで引き剥がし、前記表面の剥離の有無を目視で確認した。

【0072】

また、表面強度テストについては、レンズクリーニングペーパー（ダスパーを使用）に溶剤（エーテル50v/o 1%、メタノール50v/o 1%）を浸透させ、上記クリーニングペーパーを金属回転多面鏡に、2kg/cm²の圧力で押し当てて10往復した後、表面のキズの有無を目視で確認した。

【0073】

(比較例)

別紙の表10、表11に示すようにCr、Ni、Ti、Ni-Cr (Cr 20 wt%)、Cr₃O₃ (O₂有り)、Cr₂O₃ (O₂無)、ZrO₂/TiO₂ (O₂有り)、ZrO₂ (O₂有り)、Al₂O₃ (O₂無)、SiO₂ (O₂有り)、Ta₂O₅ (O₂無)、TiO₂ (O₂有り)の各種材料を膜厚80nmから120nm成膜した。

(O_2 有りは添加雰囲気での蒸着を行ったものであり、 O_2 分圧 1.99×10^{-3} Pa である。)

【0074】

その上に Cu の薄膜を約 100 nm 積層して、さらに Cu の薄膜の上に Al₂O₃ 薄膜を 170 nm、最表層に SiO₂ 薄膜を 14 nm 成膜した。Al₂O₃、SiO₂ は、 O_2 分圧 1.99×10^{-3} Pa で成膜した。

【0075】

各々の金属回転多面鏡を 70°C 85% O₃ 濃度 1 ppm の雰囲気で 100 H 放置して耐環境特性を調べた。膜構成は Al / 中間層 / Cu / Al₂O₃ / SiO₂ である。

【0076】

表中の腐食状況については、耐久試験前後の鏡面の外観による変化が少しでも発生していれば、腐食発生ありとしてカウントした。また、密着テストは、粘着テープ（ニチバン社製）を金属回転多面鏡の表面に密着させ、20 mm/sec の速さで引き剥がし、前記表面の剥離の有無を目視で確認した。表面強度については、レンズクリーニングペーパー（ダスパーを使用）に溶剤（エーテル 50 v o 1%，メタノール 50 v o 1%）を浸透させ、上記クリーニングペーパーを金属回転多面鏡表面に、2 kg/cm² の圧力で押し当てて 10 往復した後、表面のキズの有無を目視で確認した。

【0077】

その結果、表 10、表 11 に示すように、

- ① 素材と金属反射層の密着は中間層が無いもの以外は規格を満足した。
- ② 腐食の発生は、耐久試験前後の鏡面の外観による変化が少しでも発生すればカウントする方法で調べたところ、発生率 10% 以下のものは、Ni-Cr (Cr 20)、Cr₃O₃ (O_2 有り)、TiO₂ (O_2 有り) の 3 種類である。
- ③ 655 nm、675 nm、780 nm 各波長での S 偏光の入射角 15° での反射率の耐久試験前後で見ると殆どの中間層で規格の 95% 以上を満たさない。
- ④ 膜浮き現象に関しては、中間材料として金属系に比べ酸化物系の方が発生抑制効果がある。

【0078】

上記②の腐食発生に関して結果の良好であった Cr_2O_3 (O_2 有り) については、反射率が初期から十分でない。図4に、 TiO_2 ((a) の曲線)、 Cr_2O_3 ((b) の曲線) の反射率の分光特性を示すように、 Cr_2O_3 は反射率が不十分である。②の腐食発生に関して結果の良好であった $\text{Ni}-\text{Cr}$ (Cr 20 wt %) については、膜浮き現象の発生に関して若干問題があり、さらに成膜スピードが遅く生産に適さない問題もある。

【0079】

図5は、中間層として TiO_2 膜を用いたとき ((b) の曲線：保護層2層、(c) の曲線：保護層3層) と従来の Cr を用いたとき ((a) の曲線) の入射各 15° 、S偏光の反射率の分光特性を比較した図である。これから、中間層として TiO_2 膜を用いても、従来と同等以上の反射率が得られることがわかる。

【0080】

中間層として TiO_2 膜が優れていることを確かめるために、 TiO_2 薄膜と Cr 薄膜の膜表面の状態をFESEM(電界放出型走査型電子顕微鏡)で観察した。 Cr 薄膜の膜表面は、図13に示すように柱状組織が見られ外部から H_2O 、 O_2 を通しやすいことが予想されるのに対し、図14に示されるように TiO_2 は緻密な膜構造でありそのために H_2O 、 O_2 の浸入を防ぐことができるものと考えられる。

【0081】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明によると、表面反射率が高く、高湿度環境において腐食の発生を抑え、膜浮き現象を殆ど0にすることが可能な金属鏡および金属回転多面鏡およびその製造方法が得られる。また、本発明によると、表面反射率が95%以上の金属鏡および金属回転反射鏡を高い歩留りで提供できる。

【表1】

層	蒸着材料加熱方 式	基板温度(°C)	真空度(Torr)	蒸着速度 (nm/sec)
中間層2	電子ビーム	150	1.5×10^{-4} O ₂ 添加	0.2
金属反射層3	Wポート抵抗加 熱	150	1.0×10^{-5}	2.0
保護層4	電子ビーム	150	1.5×10^{-4} O ₂ 添加(%)	0.2
保護層5	電子ビーム	150	1.5×10^{-4} O ₂ 添加	0.2

※保護層4のO₂添加は膜形成し始めの所定膜厚の15~30%の膜厚までの間のみ

【表2】

層	蒸着材料加熱方 式	基板温度(°C)	真空度(Torr)	蒸着速度 (nm/sec)
中間層2	電子ビーム	150	1.5×10^{-4} O ₂ 添加	0.2
金属反射層3	電子ビーム	150	1.0×10^{-5}	2.0
保護層4	電子ビーム	150	1.5×10^{-4} O ₂ 添加(%)	0.2
保護層5	電子ビーム	150	1.5×10^{-4} O ₂ 添加	0.2

※保護層4のO₂添加は膜形成し始めの所定膜厚の15~30%の膜厚までの間のみ

【表3】

層	蒸着材料加熱方 式	基板温度(°C)	真空度(Torr)	蒸着速度 (nm/sec)
中間層2	電子ビーム	150	1.5×10^{-4} O ₂ 添加	0.2
金属反射層3	Wポート抵抗加熱	150	1.0×10^{-5}	2.0
保護層4	電子ビーム	150	1.5×10^{-4} O ₂ 添加(%)	0.2
保護層5	電子ビーム	150	1.5×10^{-4} O ₂ 添加	0.2
保護層6	電子ビーム	150	1.5×10^{-4} O ₂ 添加	0.2

※保護層4のO₂添加は膜形成し始めの所定膜厚の15~30%の膜厚までの間のみ

【表4】

層	蒸着材料加熱方 式	基板温度(°C)	真圧度(Torr)	蒸着速度 (nm/sec)
中間層2	電子ビーム	150	1.5×10^{-4} O ₂ 添加	0.2
金属反射層3	電子ビーム	150	1.0×10^{-5}	2.0
保護層4	電子ビーム	150	1.5×10^{-4} O ₂ 添加(%)	0.2
保護層5	電子ビーム	150	1.5×10^{-4} O ₂ 添加	0.2
保護層6	電子ビーム	150	1.5×10^{-4} O ₂ 添加	0.2

※保護層4のO₂添加は膜形成し始めの所定膜厚の15~80%の膜厚までの間のみ

【表5】

中間層TiO ₂ 蒸着時 O ₂ ガス添加量 ($\times 10^{-4}$ Torr)		反射率(S偏光)(%)						膜ハガレ	
		耐久試験前			耐久試験後				
		655(nm)	675(nm)	780(nm)	655(nm)	675(nm)	780(nm)		
0.0	実施例(1)	96.2	96.3	97.2	96.1	96.3	97.2	×	
	実施例(2)	95.3	95.9	96.9	95.2	95.8	96.8	×	
	実施例(3)	97.2	97.6	98.0	97.0	97.2	97.6	×	
	実施例(4)	97.1	97.7	98.0	96.9	97.4	97.8	×	
0.3	実施例(1)	96.3	96.7	97.5	96.1	96.5	97.3	×	
	実施例(2)	95.5	96.0	97.0	95.3	96.0	96.9	×	
	実施例(3)	97.2	97.5	98.1	97.0	97.4	97.8	×	
	実施例(4)	97.4	97.9	98.4	97.1	97.8	98.2	×	
0.5	実施例(1)	96.4	96.7	97.5	96.2	96.5	97.4	○	
	実施例(2)	95.4	96.0	97.1	95.2	95.8	97.0	○	
	実施例(3)	97.3	97.7	98.4	97.1	97.6	98.3	○	
	実施例(4)	97.4	98.0	98.5	97.2	97.8	98.3	○	
1.0	実施例(1)	96.6	96.7	97.6	96.5	96.7	97.7	○	
	実施例(2)	95.6	96.1	97.2	95.4	96.0	97.1	○	
	実施例(3)	97.4	97.8	98.5	97.2	97.6	98.3	○	
	実施例(4)	97.5	98.0	98.7	97.3	97.8	98.7	○	
1.2	実施例(1)	96.3	96.8	97.8	96.1	96.7	97.4	○	
	実施例(2)	95.5	96.0	97.0	95.3	96.3	97.7	○	
	実施例(3)	97.5	97.9	98.5	97.4	97.8	98.4	○	
	実施例(4)	97.6	98.0	98.7	97.4	97.9	98.6	○	
1.5	実施例(1)	96.1	96.3	97.2	96.0	96.3	97.2	○	
	実施例(2)	95.5	96.1	97.1	95.4	96.3	97.7	○	
	実施例(3)	97.5	98.0	98.6	97.3	97.8	98.5	○	
	実施例(4)	97.7	98.2	98.8	97.5	98.1	98.7	○	
2.0	実施例(1)	95.5	96.0	97.0	95.3	95.7	96.7	○	
	実施例(2)	95.4	95.8	96.8	95.2	95.6	96.6	○	
	実施例(3)	95.9	97.6	98.4	95.7	97.4	98.2	○	
	実施例(4)	96.7	97.9	98.2	96.5	97.7	98.0	○	
2.5	実施例(1)	94.4	95.3	96.7	93.9	94.9	95.8	○	
	実施例(2)	94.2	95.2	96.4	93.7	94.6	95.9	○	
	実施例(3)	95.0	96.8	97.5	94.8	96.1	96.9	○	
	実施例(4)	95.0	98.7	97.4	94.7	96.4	96.9	○	

※Cu蒸着前真圧度 1.0×10^{-5} Torr, Al₂O₃蒸着中全てO₂ガス 1.5×10^{-4} Torr添加

耐久試験条件: 70°C, 85%, オゾン1ppm, 100H

※表中「○」とは膜がはがれなかったということを示す。

【表6】

Cu蒸着時 真空度 ($\times 10^{-5}$ Torr)		反射率(S偏光) (%)					
		耐久試験前			耐久試験後		
		655(nm)	675(nm)	780(nm)	655(nm)	675(nm)	780(nm)
0.5	実施例(1)	96.4	96.6	97.5	96.3	96.5	97.4
	実施例(2)	95.9	96.2	97.1	95.8	96.1	97.0
	実施例(3)	97.6	98.2	98.6	97.5	98.1	98.5
	実施例(4)	97.6	98.0	98.8	97.3	97.9	98.5
0.8	実施例(1)	96.3	96.5	97.5	96.2	96.4	97.4
	実施例(2)	95.9	96.3	97.2	95.8	96.2	97.1
	実施例(3)	97.5	98.1	98.7	97.4	98.0	98.6
	実施例(4)	97.7	98.1	98.8	97.5	98.0	98.6
1.0	実施例(1)	96.1	96.3	97.2	96.0	96.3	97.2
	実施例(2)	95.5	96.1	97.1	95.4	96.3	97.7
	実施例(3)	97.5	98.0	98.6	97.3	97.8	98.5
	実施例(4)	97.7	98.2	98.8	97.5	98.1	98.7
1.5	実施例(1)	96.0	96.2	97.0	95.8	96.0	96.9
	実施例(2)	95.5	96.0	97.2	95.4	96.2	97.1
	実施例(3)	97.4	98.0	98.5	97.3	97.9	98.4
	実施例(4)	97.6	98.2	98.7	97.5	98.0	98.5
2.0	実施例(1)	95.8	96.0	96.8	95.7	96.0	96.6
	実施例(2)	95.3	95.9	97.0	95.2	95.7	96.8
	実施例(3)	97.2	97.9	98.3	97.0	97.7	98.1
	実施例(4)	97.3	98.0	98.6	97.0	97.8	98.3
2.5	実施例(1)	95.2	95.9	96.5	94.8	95.6	96.4
	実施例(2)	95.0	95.8	96.8	94.8	95.5	96.6
	実施例(3)	95.7	96.6	97.5	94.9	95.9	97.2
	実施例(4)	95.7	96.7	97.6	94.9	95.8	97.3
3.0	実施例(1)	94.9	95.7	96.0	94.4	95.4	95.7
	実施例(2)	94.7	95.5	96.5	94.2	95.2	95.8
	実施例(3)	95.4	96.5	96.9	94.9	96.2	96.5
	実施例(4)	95.5	96.4	97.5	94.8	95.9	96.8

※TiO₂蒸着時O₂ガス 1.5×10^{-4} Torr添加、Al₂O₃蒸着中全てO₂ガス 1.5×10^{-4} Torr添加
耐久試験条件: 70°C、85%、オゾン1ppm、100H

【表7】

Al2O3蒸着し始めの O2ガス添加しない 膜厚		反射率(S偏光) (%)						膜ハガレ	
		耐久試験前			耐久試験後				
		655(nm)	675(nm)	780(nm)	655(nm)	675(nm)	780(nm)		
全てO2ガス添加	実施例(1)	96.1	96.3	97.2	96.0	96.3	97.2	○	
	実施例(2)	95.5	96.1	97.1	95.4	96.3	97.1	○	
	実施例(3)	97.5	98.0	98.6	97.3	97.8	98.5	○	
	実施例(4)	97.7	98.2	98.8	97.5	98.1	98.7	○	
所定膜厚の8%	実施例(1)	96.0	96.3	97.2	96.0	96.2	97.1	○	
	実施例(2)	95.5	96.1	97.1	95.3	96.0	97.0	○	
	実施例(3)	97.5	98.0	98.5	97.4	97.8	98.4	○	
	実施例(4)	97.7	98.2	98.8	97.5	98.1	98.7	○	
所定膜厚の15%	実施例(1)	96.5	96.7	97.7	96.4	96.7	97.7	○	
	実施例(2)	95.8	96.4	97.4	95.7	96.3	97.3	○	
	実施例(3)	97.8	98.2	98.6	97.7	98.2	98.5	○	
	実施例(4)	97.8	98.4	98.8	97.7	98.3	98.7	○	
所定膜厚の23%	実施例(1)	96.6	96.7	97.7	96.4	96.5	97.6	○	
	実施例(2)	95.9	96.5	97.5	95.8	96.4	97.4	○	
	実施例(3)	97.9	98.2	98.7	97.8	98.1	98.6	○	
	実施例(4)	97.8	98.4	98.9	97.7	98.3	98.7	○	
所定膜厚の30%	実施例(1)	96.8	96.8	97.8	96.5	96.4	97.7	○	
	実施例(2)	95.9	96.4	97.4	95.7	96.3	97.4	○	
	実施例(3)	97.8	98.2	98.6	97.7	98.1	98.5	○	
	実施例(4)	97.9	98.5	98.9	97.8	98.4	98.8	○	
所定膜厚の38%	実施例(1)	96.3	96.6	97.5	96.2	96.4	97.4	×	
	実施例(2)	95.8	96.2	97.0	95.4	96.0	96.9	×	
	実施例(3)	97.6	98.0	98.4	97.5	97.9	98.3	×	
	実施例(4)	97.7	98.1	98.7	97.6	98.0	98.5	×	
所定膜厚の46%	実施例(1)	96.3	96.5	97.5	96.2	96.4	97.4	×	
	実施例(2)	95.8	96.1	97.0	95.5	96.0	96.9	×	
	実施例(3)	97.5	98.0	98.5	97.4	97.9	98.4	×	
	実施例(4)	97.8	98.0	98.7	97.5	97.9	98.6	×	
所定膜厚の54%	実施例(1)	96.2	96.4	97.2	96.0	96.2	97.0	×	
	実施例(2)	95.5	96.0	96.9	95.4	96.0	96.9	×	
	実施例(3)	97.4	97.9	98.5	97.3	97.8	98.4	×	
	実施例(4)	97.5	97.9	98.8	97.4	97.8	98.5	×	
所定膜厚の62%	実施例(1)	96.1	96.3	97.1	96.0	96.2	97.1	×	
	実施例(2)	95.4	95.9	96.8	95.2	95.6	96.5	×	
	実施例(3)	97.3	97.7	98.4	97.1	97.5	98.2	×	
	実施例(4)	97.4	97.8	98.5	97.3	97.7	98.4	×	

※TiO₂蒸着時O₂ガス1.5x10⁻⁴ Torr添加、Cu蒸着前真空中1.0x10⁻⁵ TorrAl₂O₃蒸着時O₂ガス添加圧1.5x10⁻⁴ Torr

耐久試験条件: 70°C, 85%, オゾン1ppm, 100H

※表中「○」とは膜がはがれなかったということを示す。

【表8】

Al2O3蒸着時 O2ガス添加量 ($\times 10^{-4}$ Torr)	実施例(1)	実施例(2)	実施例(3)	実施例(4)	膜ハガレ
0.0	×	×	×	×	
0.3	×	×	×	×	
0.5	○	○	○	○	
1.0	○	○	○	○	
1.2	○	○	○	○	
1.5	○	○	○	○	
2.0	○	○	○	○	※TiO2蒸着時O2ガス 1.5×10^{-4} Torr添加 Cu蒸着前真圧度 1.0×10^{-5} Torr Al2O3蒸着中全てO2ガス 1.5×10^{-4} Torr添加
2.2	×	×	×	×	※表中「○」とは膜がはがれなかったということを示す。
2.5	×	×	×	×	

【表9】

実施例 NO.	腐食発生 率(%)	腐食発生 率(%)	耐久試験前			耐久試験後			密着 性	拭き 強度
			655 nm	675 nm	780 nm	655 nm	675 nm	780 nm		
(1)	5.2	0.0	96.1	96.3	97.2	96.0	96.3	97.2	○	○
(2)	3.3	0.0	96.5	96.1	97.1	95.4	96.3	97.7	○	○
(3)	3.7	0.0	97.6	98.0	98.6	97.3	97.8	98.5	○	○
(4)	4.0	0.0	97.7	98.2	98.8	97.5	98.1	98.7	○	○

※耐久試験: 70°C, 85%RH, O₂ 1 ppm, 100時間

※「密着」における「○」とは密着性が良いことを示す。

※「拭き強度」における「○」とは拭かれてても強度が高いことを示す。

【表10】

中間層材質	腐食状況 発生数/検査数	発生率	腐食率(15° 3回元)						密着
			655mm	675mm	780mm	655mm	675mm	780mm	
Cr	123/180	68.3	98.5	98.5	97.3	97.0	97.1	97.0	○
無し	16/20	80.0	94.7	95.5	96.7	93.0	94.3	96.6	×
Ni	12/20	60.0	98.4	98.9	95.4	94.3	97.3	92.7	○
Ti	10/20	50.0	93.5	93.7	93.7	93.2	94.2	98.5	○
Ni-Cr(20)	2/20	10.0	98.2	94.5	97.2	96.3	98.5	97.1	○
Cr203(O2有り)	3/60	5.0	93.8	93.1	94.5	92.2	96.6	93.7	○
Cr203(O2無)	12/60	20.0	94.0	91.0	93.0	94.3	93.4	98.0	○
ZrO2/TiO2(O2有り)	11/20	13.0	91.5	92.0	93.0	91.5	92.0	95.0	○
ZrO2(O2有り)	7/60	11.7	91.1	94.0	95.3	90.4	92.7	96.7	○
Al2O3(O2無)	4/20	20.0	94.7	93.8	96.6	94.0	94.7	96.0	○
SiO2(O2有り)	7/20	35.0	91.7	91.3	93.0	91.0	93.0	96.4	○
Ta2O5(O2有り)	5/20	40.0	94.2	93.5	97.0	93.3	96.5	97.0	○
Ta2O5(O2無)	11/60	18.3	94.5	93.7	95.0	95.3	96.1	97.0	○
TiO2(O2有り)	6/180	3.3	95.5	96.1	97.1	95.4	96.3	97.7	○

※「密着」における「○」とは密着性が良いことを示す。

【表11】

中間層材質	腐食現象 発生数/検査数	発生率	拭き強度試験	
			○	○
Cr	45/180	25.0	○	○
無し	9/20	45.0	○	○
Ni	8/20	40.0	○	○
Ti	7/20	35.0	○	○
Ni-Cr(20)	6/20	30.0	○	○
Cr203(O2有り)	0/60	0.0	○	○
Cr203(O2無)	0/60	0.0	○	○
ZrO2/TiO2(O2有り)	4/60	5.0	○	○
ZrO2(O2有り)	3/60	5.0	○	○
Al2O3(O2無)	1/20	5.0	○	○
SiO2(O2有り)	2/20	10.0	○	○
Ta2O5(O2有り)	0/20	0.0	○	○
Ta2O5(O2無)	2/60	3.3	○	○
TiO2(O2有り)	0/180	0.0	○	○

※「拭き強度試験」における「○」とは拭かれても強度が高いことを示す。

【図面の簡単な説明】

【図1】

図1は、本発明の実施例1、2の金属回転多面鏡の約半分を示す模式断面図である。

【図2】

図2は、本発明の実施例3、4の金属回転多面鏡の約半分を示す模式断面図である。

【図3】

図3は、腐食現象を模式的に示す説明図である。

【図4】

図4は、中間層の材料として、 TiO_2 ((a)の曲線)、 Cr_2O_3 ((b)の曲線)を用いたときの反射率の分光特性を示すグラフである。

【図5】

中間層として TiO_2 膜を用いたとき ((b)の曲線：保護層2層、(c)の曲線：保護層3層)と従来のCrを用いたとき ((a)の曲線)の入射各15°、S偏光の反射率の分光特性を比較した図である。

【図6】

図6は、従来例の中間層の腐食の光顕写真である。

【図7】

図7は、従来例の中間層の腐食の光顕写真である。

【図8】

図8は、腐食部のFIBの断面図写真である。

【図9】

図9は、膜浮き現象のFIB断面写真である。

【図10】

図10は、膜浮き現象の表面光顕写真である。

【図11】

図11は、膜浮き現象の表面光顕写真である。

【図12】

図12は、膜浮き現象の表面光顕写真である。

【図13】

図13は、Cr膜表面のSEM(走査型電子顕微鏡)写真である。

【図14】

図14は、 TiO_2 膜表面のSEM(走査型電子顕微鏡)写真である。

【符号の説明】

1 回転多面鏡体

2 中間層

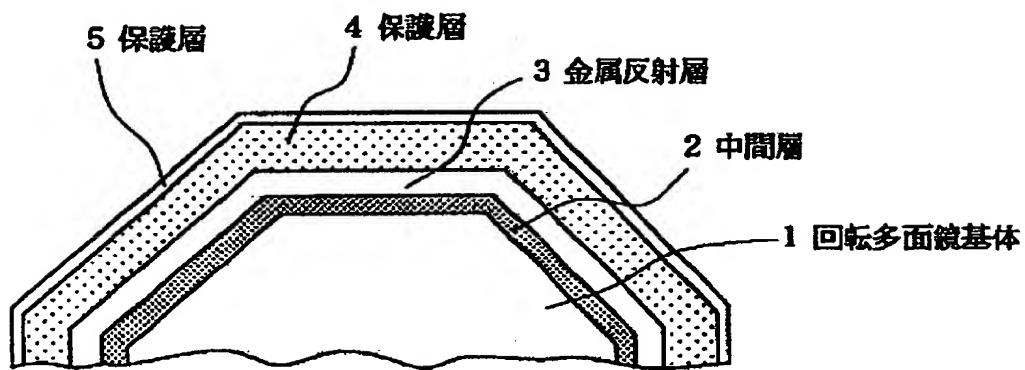
特2000-020269

3 金属反射層

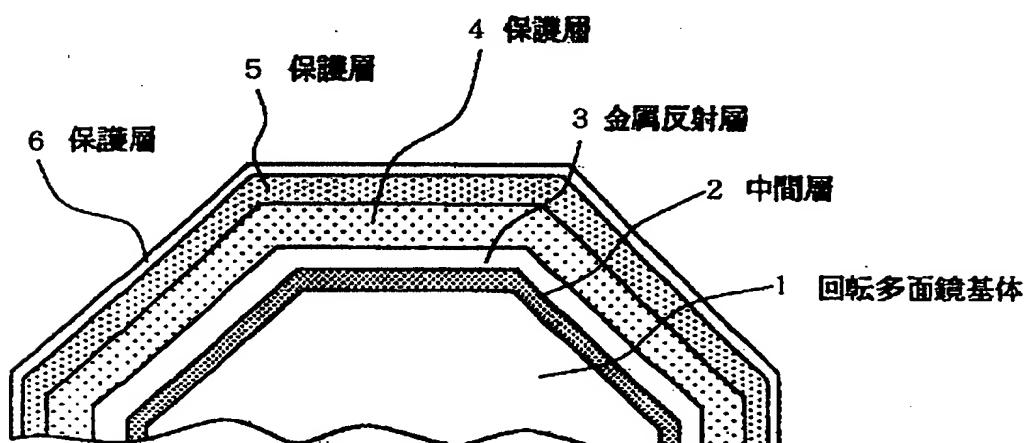
4、5、6 保護層

【書類名】 図面

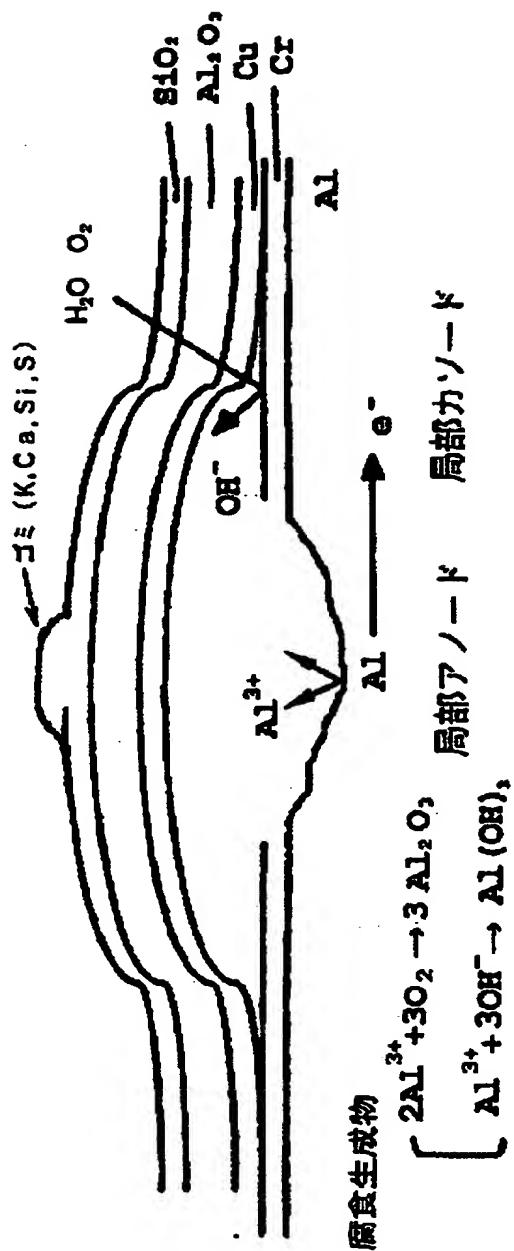
【図1】



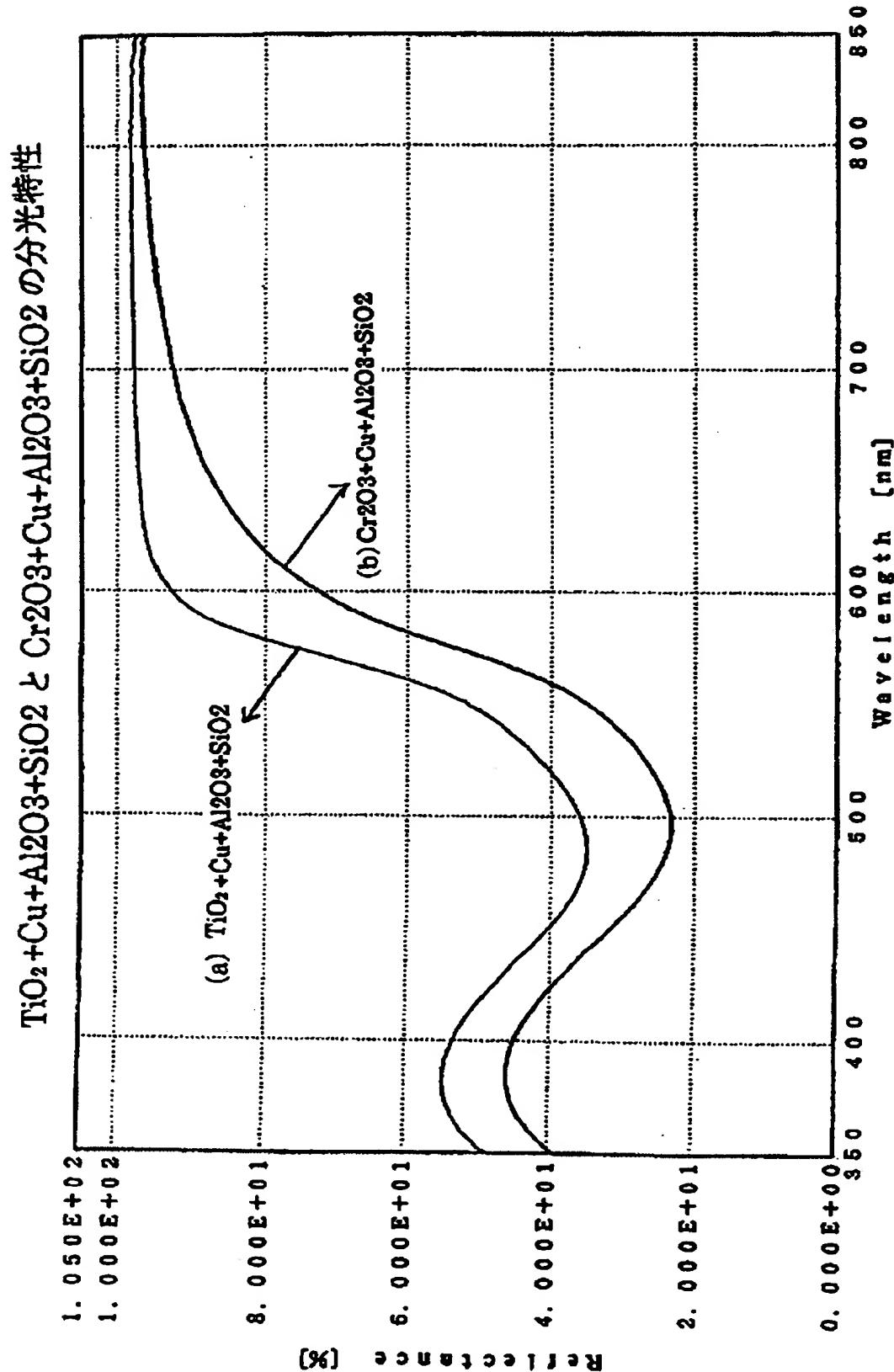
【図2】



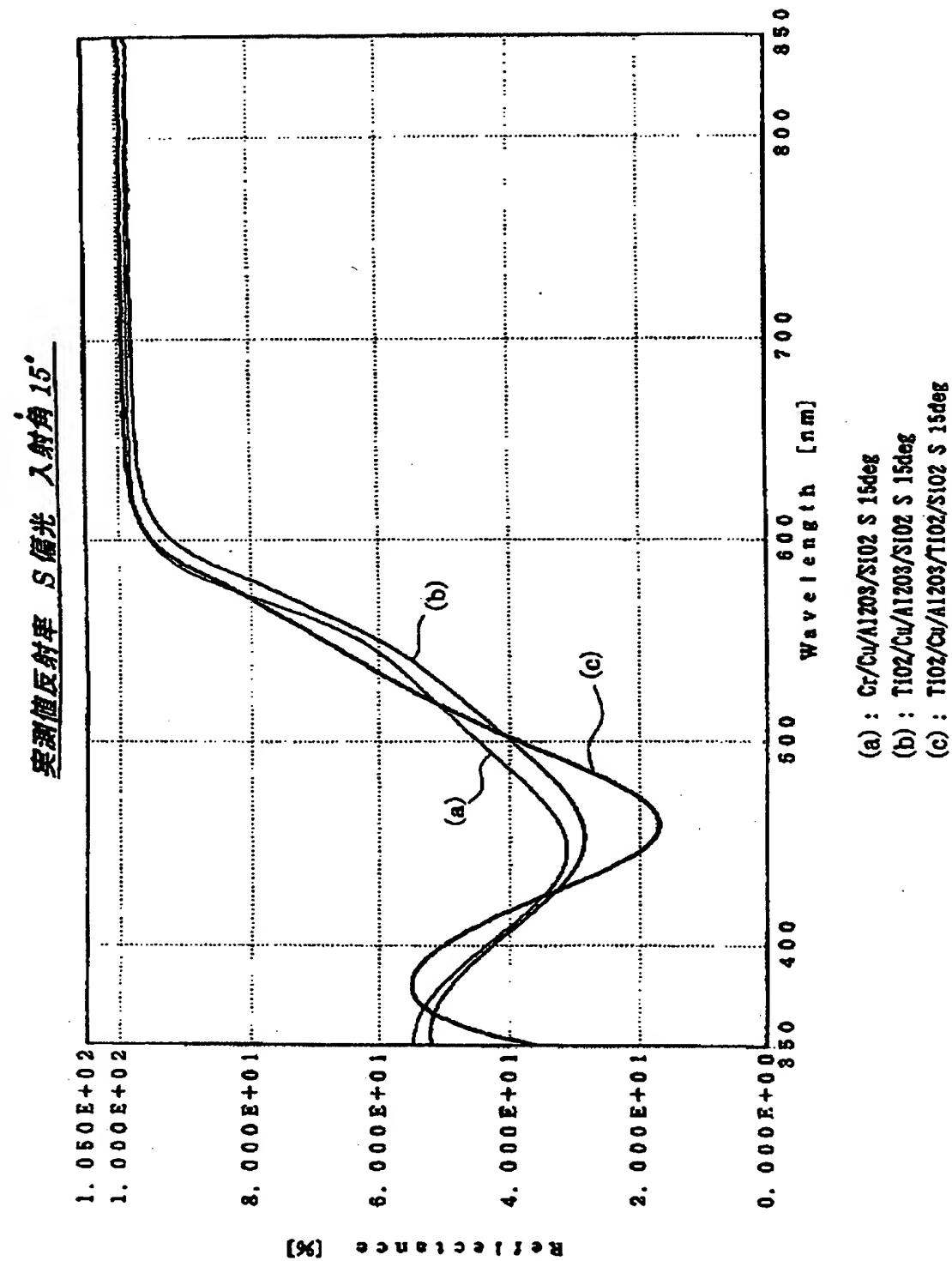
【図3】



【図4】

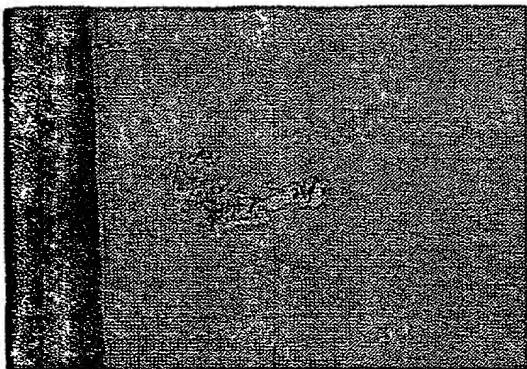


【図5】



【図6】

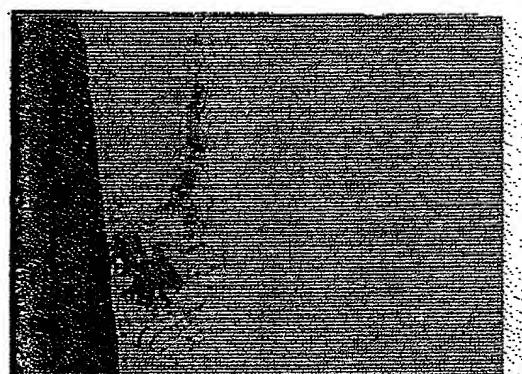
写真1



光頭写真 (×100)

【図7】

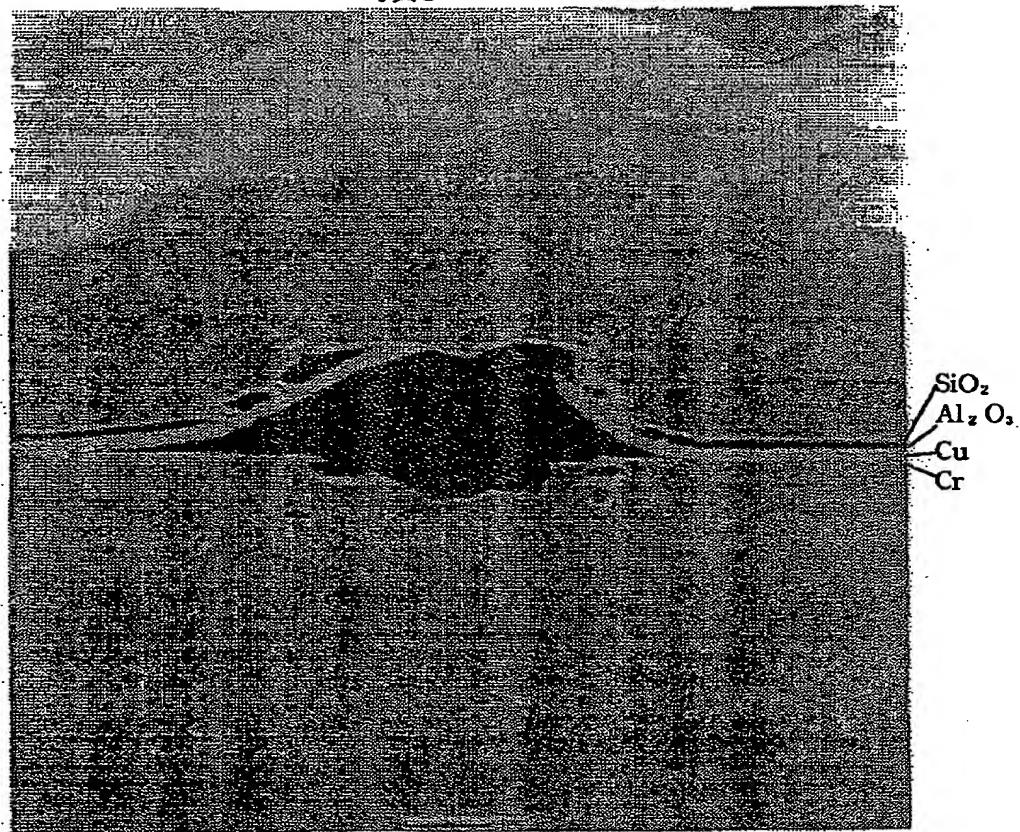
写真2



光頭写真 (×100)

【図8】

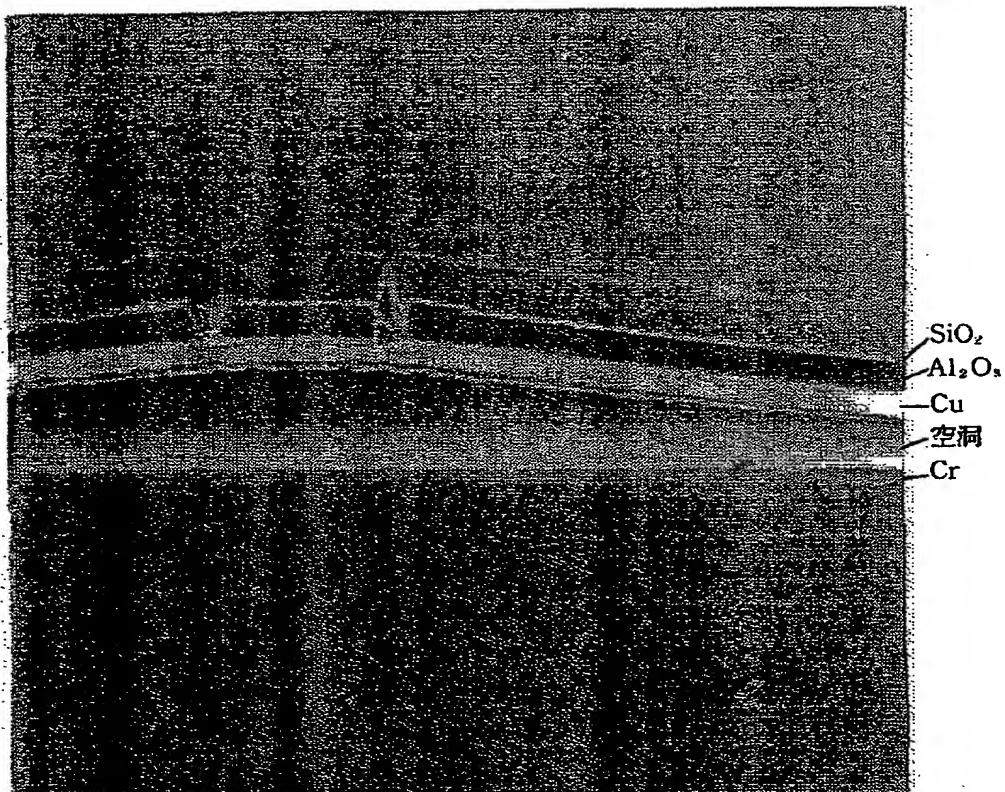
写真3



腐食部のFIB写真

【図9】

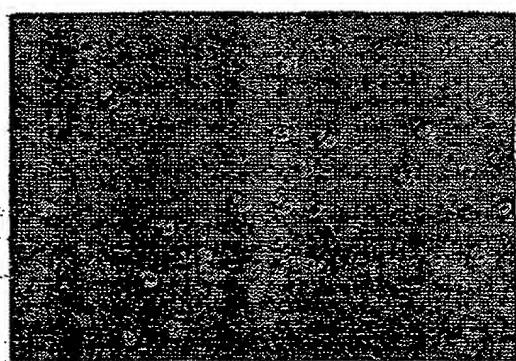
写真4



膜浮き現象の FIB 写真

【図10】

写真5



試料×200

【図11】

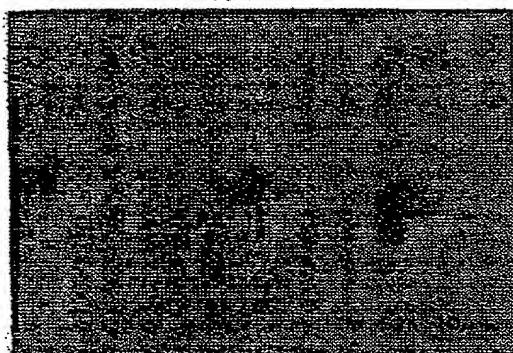
写真6



異常部×500

【図12】

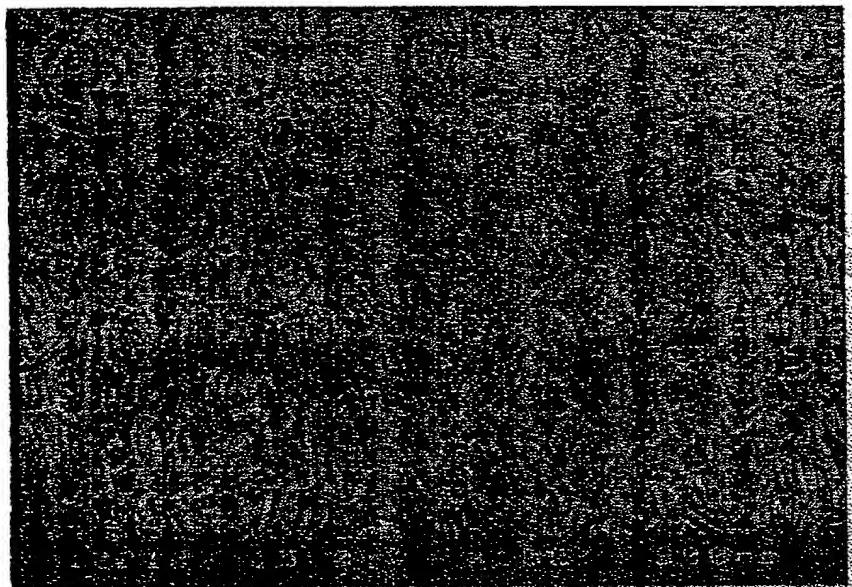
写真7



異常部×1000

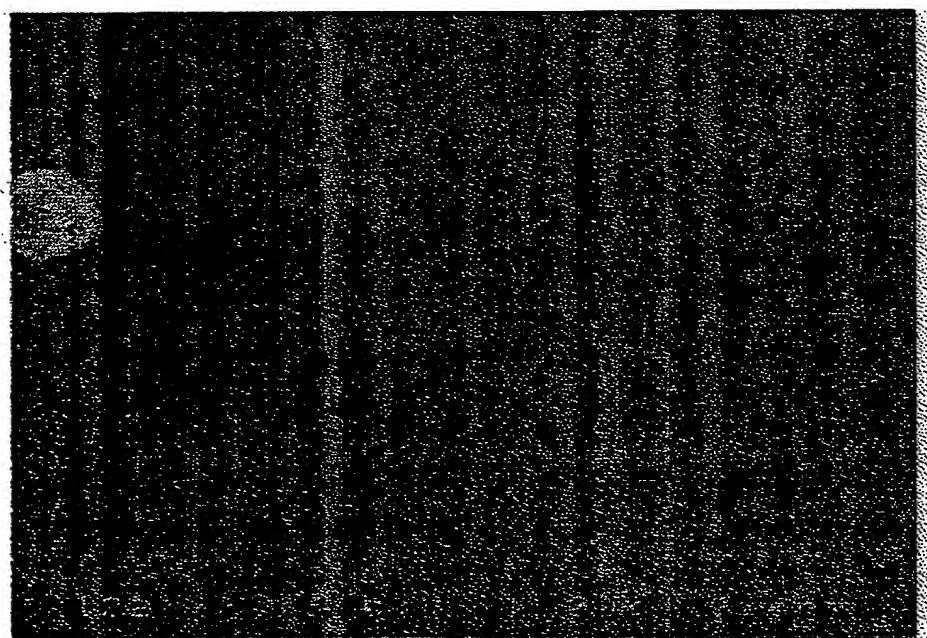
【図13】

Cr膜表面のSEM写真 ×100K



【図14】

TiO₂膜の表面SEM写真 ×100K



【書類名】 要約書

【要約】

【目的】 耐環境性に優れた高反射率を有する金属鏡および金属回転多面鏡およびその製造方法を提供する。

【構成】 金属鏡として、アルミニウムまたはその合金からなる基体上に、 TiO_2 からなる中間層と、Cu からなる金属反射層とを順次積層する。金属回転多面鏡として、アルミニウムもしくはアルミニウム合金からなる金属多面鏡体の基体と、基体の上に真空蒸着された TiO_2 の中間層と、中間層の上に真空蒸着された Cu の金属反射膜と、金属反射膜の上に真空蒸着された、少なくとも Al_2O_3 の層を含む保護層と、を設ける。また、その製造方法として、アルミニウムもしくはアルミニウム合金からなる金属多面鏡体の素材金属の上に真空蒸着によって TiO_2 からなる中間層を形成し、該中間層の上に真空蒸着によって Cu からなる高反射率の金属反射膜を形成し、該金属反射膜の上に真空蒸着によって、少なくとも Al_2O_3 の層を含む保護層を形成する。

【選択図】 図1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2000-020269
受付番号	50000095247
書類名	特許願
担当官	野口 耕作 1610
作成日	平成12年 3月 9日

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】	000104652
【住所又は居所】	埼玉県秩父市大字下影森1248番地
【氏名又は名称】	キヤノン電子株式会社

【代理人】

【識別番号】	100087583
【住所又は居所】	東京都千代田区鍛冶町1丁目6番15号 共同ビル（神田駅前）22号 大音・田中特許事務所
【氏名又は名称】	田中 増顕

【選任した代理人】

【識別番号】	100078846
【住所又は居所】	東京都千代田区鍛冶町1丁目6番15号 共同ビル（神田駅前）22号 大音・田中特許事務所
【氏名又は名称】	大音 康毅

次頁無

【書類名】 手続補正書
【提出日】 平成12年 3月13日
【あて先】 特許庁長官 殿
【事件の表示】

【出願番号】 特願2000- 20269
【補正をする者】
【識別番号】 000001007
【氏名又は名称】 キヤノン株式会社

【代理人】
【識別番号】 100087583
【弁理士】
【氏名又は名称】 田中 増頸

【手続補正 1】
【補正対象書類名】 図面
【補正対象項目名】 図6
【補正方法】 変更
【補正の内容】 1

【手続補正 2】
【補正対象書類名】 図面
【補正対象項目名】 図7
【補正方法】 変更
【補正の内容】 2

【手続補正 3】
【補正対象書類名】 図面
【補正対象項目名】 図8
【補正方法】 変更
【補正の内容】 3

【手続補正 4】
【補正対象書類名】 図面

【補正対象項目名】 図9
【補正方法】 変更
【補正の内容】 4

【手続補正 5】

【補正対象書類名】 図面
【補正対象項目名】 図10
【補正方法】 変更
【補正の内容】 5

【手続補正 6】

【補正対象書類名】 図面
【補正対象項目名】 図11
【補正方法】 変更
【補正の内容】 6

【手続補正 7】

【補正対象書類名】 図面
【補正対象項目名】 図12
【補正方法】 変更
【補正の内容】 7

【手続補正 8】

【補正対象書類名】 図面
【補正対象項目名】 図13
【補正方法】 変更
【補正の内容】 8

【手続補正 9】

【補正対象書類名】 図面
【補正対象項目名】 図14
【補正方法】 変更
【補正の内容】 9

【図6】

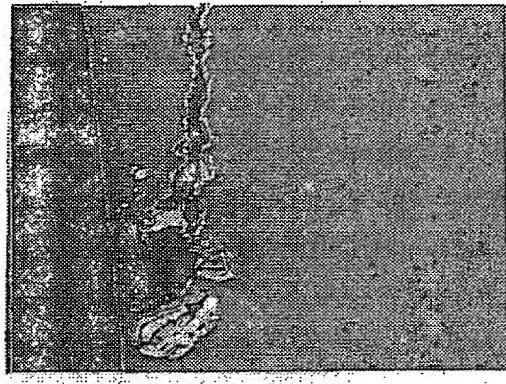
図面代用写真（カラー）写真1



光顕写真 (×100)

【図7】

図面代用写真（カラー） 写真2

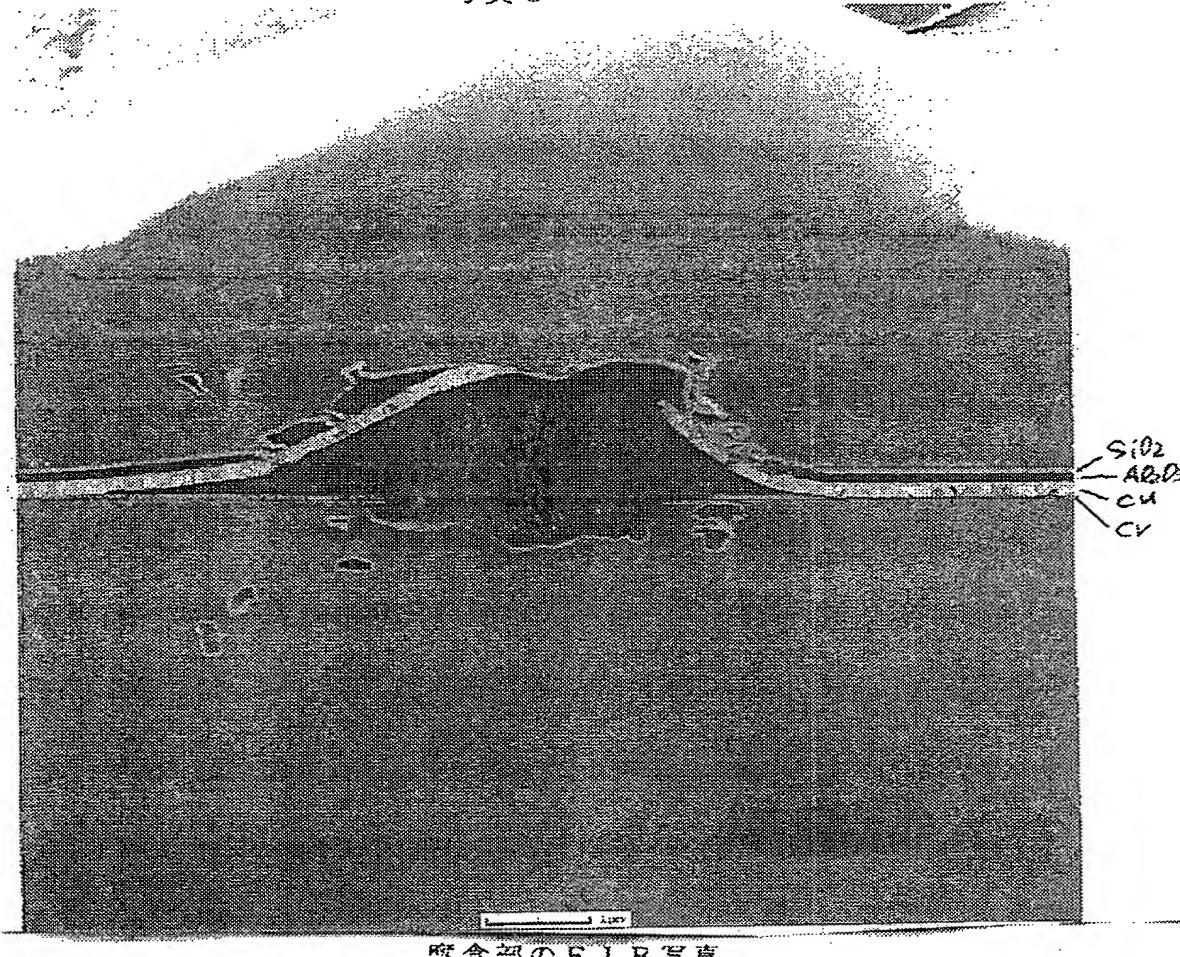


光顕写真（×100）

【図8】

図面代用写真（カラー）

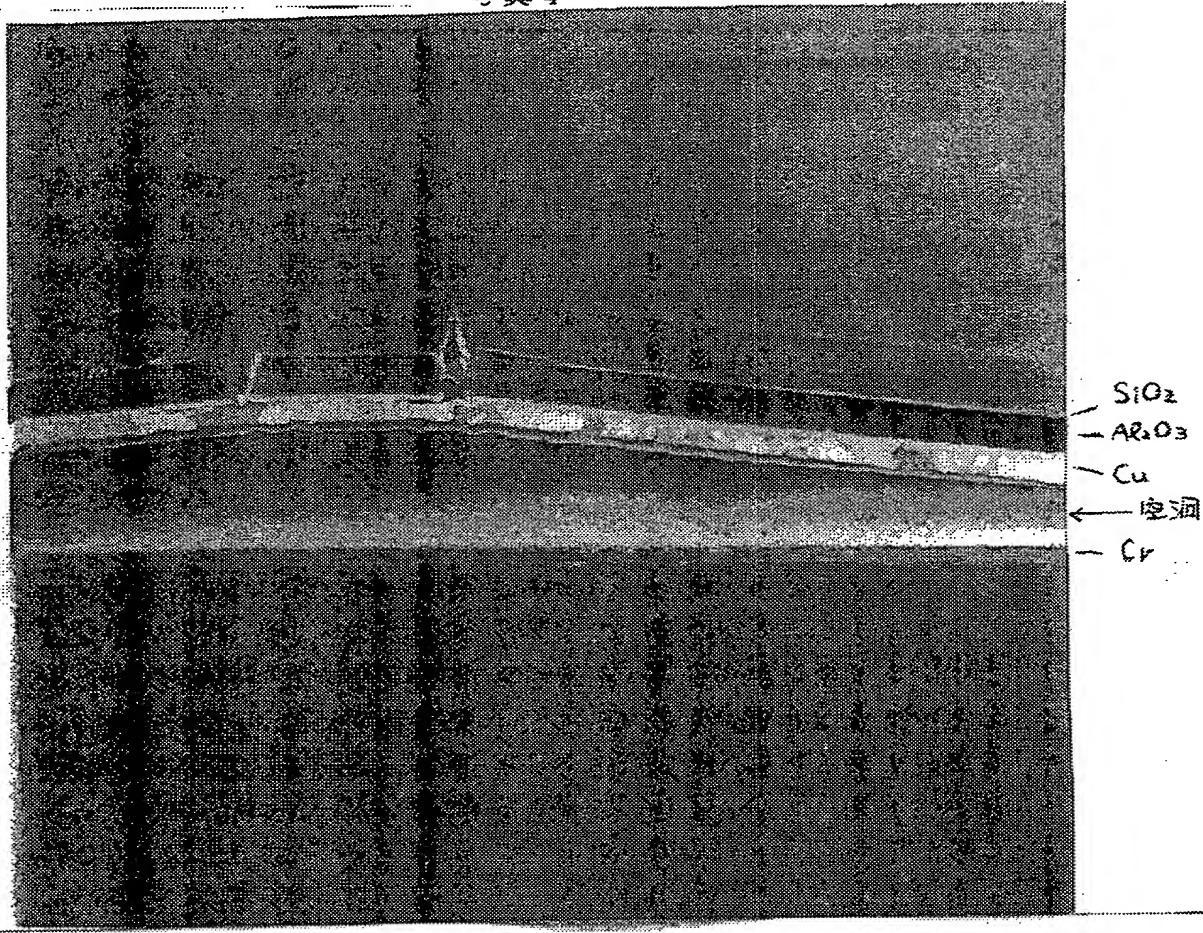
写真3



【図9】

図面代用写真（カラー）

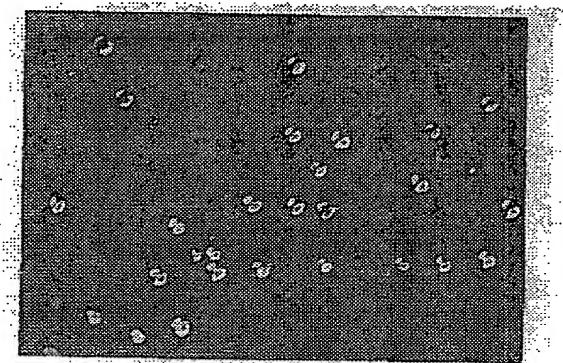
写真4



膜浮き現象のFIB写真

【図10】

図面代用写真(カラー) 写真5

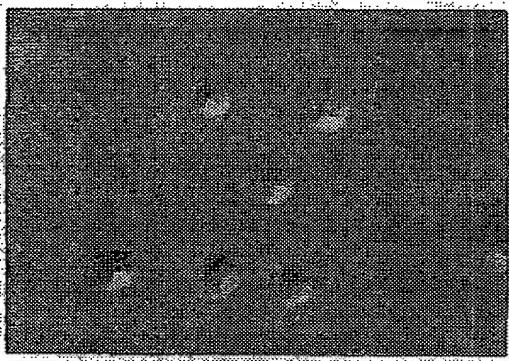


試料×200

【図11】

図面代用写真(カラー)

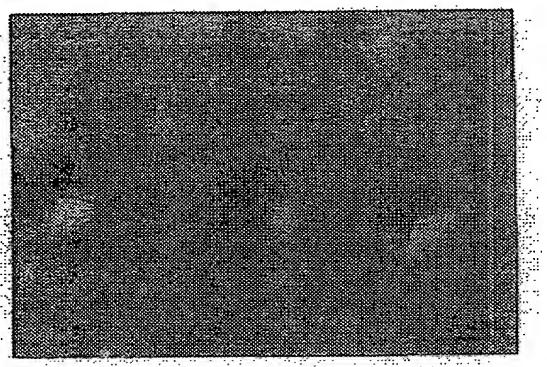
写真6



異常部×500

【図12】

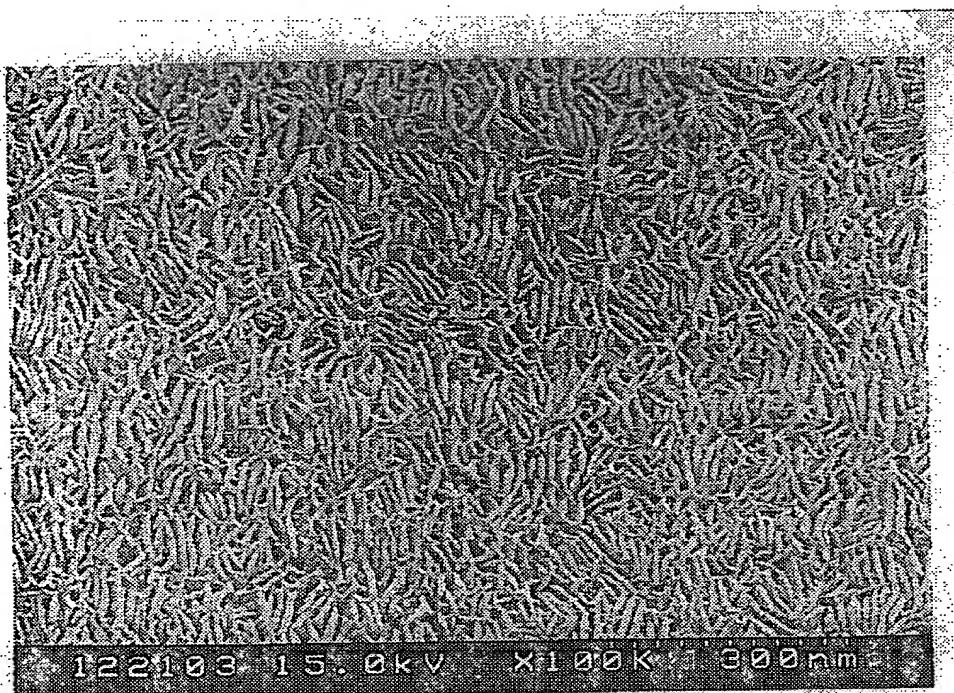
図面代用写真（カラー） 写真7



異常部×1000

【図13】

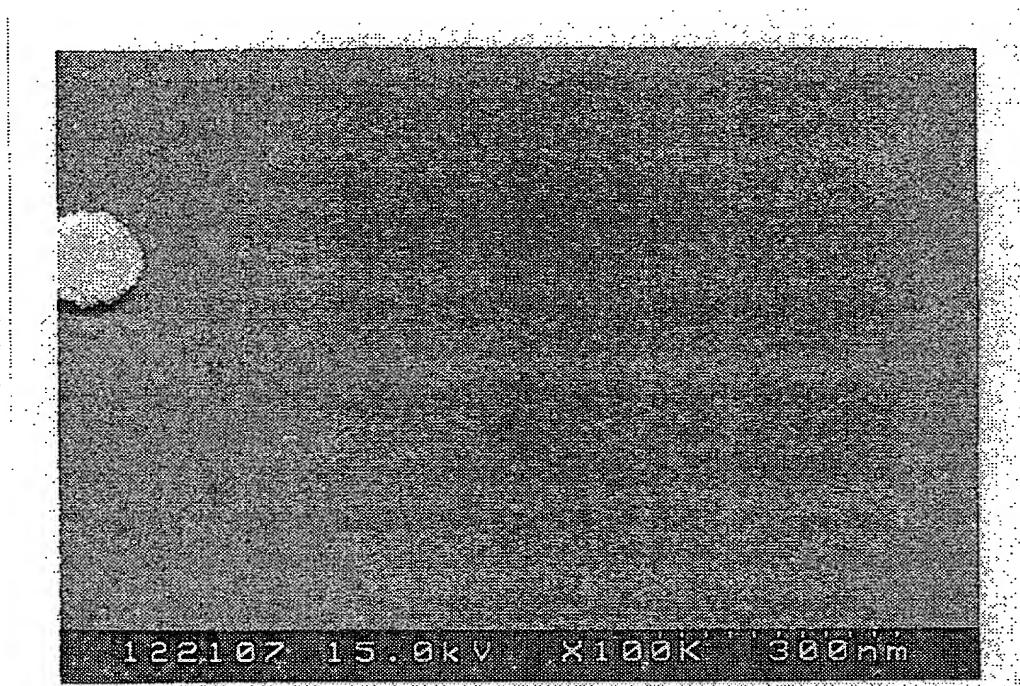
図面代用写真（カラー）
Cr膜表面のSEM写真 ×100K



【図14】

図面代用写真（カラー）

TiO₂膜の表面SEM写真 ×100K



認定・付加情報

特許出願の番号 特願2000-020269
受付番号 20000510149
書類名 手続補正書
担当官 野口 耕作 1610
作成日 平成12年 5月19日

<認定情報・付加情報>

【補正をする者】

【識別番号】 000001007

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号

【氏名又は名称】 キヤノン株式会社

【代理人】

【識別番号】 100087583

【住所又は居所】 東京都千代田区鍛冶町1丁目6番15号 共同ビル（神田駅前）22号 大音・田中特許事務所

【氏名又は名称】 田中 増顕

次頁無

【書類名】 手続補正書

【整理番号】 4139030

【あて先】 特許庁長官殿

【事件の表示】

【出願番号】 特願2000- 20269

【補正をする者】

【識別番号】 000104652

【氏名又は名称】 キヤノン電子株式会社

【代理人】

【識別番号】 100087583

【弁理士】

【氏名又は名称】 田中 増顯

【発送番号】 032030

【手続補正 1】

【補正対象書類名】 手続補正書

【補正対象項目名】 補正をする者

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【補正をする者】

【識別番号】 000104652

【氏名又は名称】 キヤノン電子株式会社

【プルーフの要否】 要

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2000-020269
受付番号	50000601425
書類名	手続補正書
担当官	野口 耕作 1610
作成日	平成12年 5月19日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成12年 5月16日
【補正をする者】	
【識別番号】	000104652
【住所又は居所】	埼玉県秩父市大字下影森1248番地
【氏名又は名称】	キヤノン電子株式会社
【代理人】	申請人
【識別番号】	100087583
【住所又は居所】	東京都千代田区鍛冶町1丁目6番15号 共同ビル（神田駅前）22号 大音・田中特許事務所
【氏名又は名称】	田中 増顕

次頁無

出願人履歴情報

識別番号 [000104652]

1. 変更年月日 1990年 8月28日

[変更理由] 新規登録

住 所 埼玉県秩父市大字下影森1248番地

氏 名 キヤノン電子株式会社